

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

Spécialité : **IMEP2 - Matériaux, Mécanique, Génie civil,
Electrochimie**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

« **Tao ZHANG** »

Thèse dirigée par « **Luc SALVO** » et
codirigée par « **Eric MAIRE** »

préparée au sein du **Laboratoire SIMAP et MATEIS**
dans l'**École Doctorale IMEP2 spécialité MMGE**

Imagerie multi-résolution par tomographie aux rayons X : application à la tomographie locale en science des matériaux

Thèse soutenue publiquement le « **22 mai 2012** »,
devant le jury composé de :

M. Rémy, DENDIEVEL

Professeur Grenoble INP (Grenoble), Président

M. Dominique BERNARD

DR CNRS ICMCB (Bordeaux), Rapporteur

M. Jean Michel LETANG

MDF HDR CREATIS (INSA Lyon), Rapporteur

M. Peter CLOTENS

Scientist, ESRF (Grenoble), Membre

M. Eric MAIRE

DR CNRS MATEIS (INSA Lyon), Directeur de Thèse

M. Luc SALVO

MCF HDR Grenoble INP (Grenoble), Directeur de Thèse



Titre :

Imagerie multi-résolution par tomographie aux rayons X: application à la tomographie locale en science des matériaux

Résumé :

L'objectif de cette thèse est d'étudier puis d'implémenter une méthode de reconstruction sur la tomographie aux rayons X qui permette de scanner des gros échantillons avec une bonne résolution qui permettrait de scanner l'intérieur d'un cylindre (tomographie locale) et de caractériser des matériaux réels. Notre méthode peut être réalisée pour améliorer l'analyse quantitative et qualitative d'image d'échantillons. Dans cette thèse, cette méthode est utilisée sur les matériaux cellulaires. Nous avons réalisé des essais in situ en tomographie aux rayons X sur le mousse ERG et les sphères creuses. Une comparaison entre les résultats d'Élément Finis et des essais réels montre le mécanisme d'endommagement de ces matériaux.

Mots clés : Micro-tomographie aux rayons X, Tomographie locale, Analyse d'image 3D, Matériaux cellulaire, Éléments Finis, Essais mécanique, mousse ERG, Sphères creuses

Title :

Imaging multi-resolution by the X-ray tomography : application to the local tomography in materials science

Abstract :

The objective of this thesis is to study and to implement a method of reconstruction of the X-ray tomography able to scan large samples with good resolution that would scan inside a cylinder (local tomography) and characterize real materials. Our method can be done to improve the quantitative and qualitative picture of a sample. In this thesis, this method is used on cellular materials. We conducted tests in situ X-ray tomography on the ERG foam and hollow spheres. A comparison between the results of Finite Element and live testing shows the damage mechanism of these materials.

Keywords : X-ray micro-tomography, local tomography, 3D image analysis, cellular material, Finite Element, mechanical tests, ERG foam, Hollow spheres

Remerciements

Le travail faisant l'objet de ce mémoire a été réalisé dans le cadre d'une collaboration entre le laboratoire SIMAP de l'INP Grenoble, dirigé par Monsieur Michel PONS et le Laboratoire MATEIS de INSA de LYON, dirigé par Monsieur Jöel COURBON. Je tiens en premier lieu à les remercier pour la confiance qu'ils m'ont accordée et la qualité de leur accueil.

Je tiens à remercier le cluster MACODEV de la région Rhône-Alpes pour financer ce travail.

Je tiens à exprimer mes plus sincères reconnaissances à mes directeurs de thèse Monsieur Luc SALVO et Monsieur Eric MAIRE, qui ont assuré la direction scientifique de cette étude. Je leur remercie pour m'avoir encadrée au cours de ces trois années, pour m'avoir aidée dans la compréhension du sujet, pour la liberté d'action qu'ils m'ont donnée mais également pour leur disponibilité, leur patience et leur gentillesse.

Je remercie tous les membres de l'équipe et notamment Jérôme, Caroline et Loïc, pour leur aide et leur gentillesse.

Je souhaite remercier également tous les gens qui m'ont aidée lors de ma thèse : Jean yves, Damine, Arnaud, Catherine et le personnel du secrétariat, Viviane(INSA), Corinne(INSA) et Claire(SIMAP), pour leur sympathie et leur aide au niveau administratif.

Je remercie vivement tous mes amis chinois pour leurs soutiens quotidiens : Sheng, Ying, Ling, Huijing, Lei, Yang, Hui et Jichao.

A mes parents, je leur dit merci pour le soutiens qu'ils m'ont apporté en toute circonstance, ainsi que pour leur patience et leur amour. Je remercie particulièrement ma compagne Miao pour son soutien, la patience et l'encouragement dont elle a su faire preuve durant ces années de thèse. Enfin, je voudrais remercier ma fille Yuexi, pour le bonheur qu'elle m'a apporté durant ma dernière année de thèse.

Tableau des matières

Introduction générale.....	8
Chapitre 1 : Etat de l'art.....	10
1.1 La tomographie aux rayon X.....	12
1.1.1 Introduction.....	12
1.1.2 Principe.....	12
a) Tomographie d'absorption des rayon X.....	14
b) Contraste de phase et holohomographie.....	14
1.1.3 La tomographie aux rayon X en faisceau conique.....	16
1.1.4 La tomographie aux rayon X en faisceau parallèle.....	17
1.1.5 Tomographie locale.....	18
1.2 Suivi de l'évolution d'une microstructure.....	20
1.2.1 Réduction des temps d'acquisition.....	23
1.2.2 Essais in situ.....	24
1.2.3 Traitement thermiques in situ.....	24
1.2.4 Essais mécaniques in situ.....	26
1.3 Méthode de reconstruction.....	27
1.3.1 Sinogramme.....	27
1.3.2 Rétroprojection filtrée.....	29
1.4 Principe de la tomographie locale.....	34
1.5 Les matériaux cellulaires.....	36
1.5.1 Les différents types de matériaux cellulaires.....	36
1.5.2 Les comportement mécanique en traction.....	40
1.5.5 Tomographie multi-échelle et matériaux cellulaires.....	42
1.6 Bilan et objectifs de la thèse.....	43
Chapitre 2 : Matériaux et méthodes expérimentales.....	44
2.1 Matériaux cellulaires.....	46
2.1.1 Mousse Ti.....	46
2.1.2 Mousse ERG.....	47
2.1.3 Les empilements de sphères creuses.....	48

2.2 Expériences	49
2.2.1 Tomographie locale synchrotron statique.....	49
2.2.2 Tomographie locale en laboratoire.....	52
a) Tomographie locale de laboratoire statique.....	52
b) Tomographie locale de laboratoire dynamique.....	54
2.3 Image 3D et simulation du comportement mécanique.....	55
Chapitre 3 : La reconstruction en tomo locale.....	58
3.1 Principe général et méthodes de comparaison.....	60
3.1.1 Reconstruction classique en faisceau parallèle	60
3.1.1.1 Introduction.....	60
3.1.1.2 Logiciels de reconstruction utilisés dans cette thèse.....	61
3.1.2 Outils de comparaison.....	62
3.1.2.1 Introduction.....	62
3.1.2.2 Histogramme.....	62
3.1.2.3 Images de différences	63
3.1.2.4 EQM.....	64
3.2 Présentation de la méthode de correction (en faisceau parallèle).....	66
3.3 Implémentation sur des simulations.....	70
3.3.1 Différents environnements pour la tomographie locale.....	70
3.3.2 Effet du type d'interpolation.....	71
3.3.3 Effet du rapport entre la taille de l'échantillon et la taille analysée en tomographie locale.....	72
3.3.4 Comparaison de l'influence du type d'environnement.....	73
3.3.5 Influence du nombre des projections.....	79
3.3.6 Conclusion.....	82
3.4 Application de la méthode de correction à des acquisitions tomographies réelles..	84
3.5 Conclusion.....	87
Chapitre 4 : Comportement en traction de matériaux cellulaires.....	88
4.1 Introduction.....	90
4.1.1 Local tomography study of the fracture of an ERG metal foam.....	91
4.1.2 Local tomography study of the tensile behavior of a HS stacking.....	102
chapitre 5 : Conclusions et perspectives.....	110
5.1 Reconstruction en tomographie locale.....	111

5.2 Comportement en traction des mousses métalliques.....	113
Références	116
Annexe.....	124
A1 : Les reconstruction avec la correction et sans la correction et ses histogrammes avec le paramètre localité 1-d/D : 0,1-0,9 sur le cas 2	125
A2 : Les reconstruction avec la correction et sans la correction et ses histogrammes avec le paramètre localité 1-d/D : 0,1-0,9 sur le cas 3.....	127
A3 : Les reconstruction avec la correction et sans la correction et ses histogrammes avec le paramètre localité 1-d/D : 0,1-0,9 sur le cas 4.....	129
A4 : Les reconstruction avec la correction et sans la correction et ses histogrammes avec le paramètre localité 1-d/D : 0,1-0,9 sur le cas 5.....	132
A5 : Les reconstruction avec la correction et sans la correction et ses histogrammes avec le paramètre localité 1-d/D : 0,1-0,9 sur le cas 6.....	134
A6 : Les reconstruction avec la correction et sans la correction et ses histogrammes avec le paramètre localité 1-d/D : 0,1-0,9 sur le cas 7.....	137
A7 : le principe des marcos sur matlab.....	140

Introduction

Cette thèse concerne l'utilisation de la tomographie en science des matériaux et plus particulièrement de la tomographie locale. La tomographie locale intervient lorsque l'échantillon est plus grand que le détecteur ce qui est peut être le cas pour les matériaux cellulaires que l'on veut scanner à haute résolution. L'objectif de cette thèse est d'étudier puis d'implémenter une amélioration de la méthode de reconstruction d'images obtenues par tomographie aux rayons X en condition de tomographie locale mais aussi d'appliquer la tomographie multi-échelles pour l'étude du comportement en traction de mousses métalliques. Cette méthode s'appuie sur l'obtention d'image à basse résolution pour améliorer la reconstruction à haute résolution. Ce manuscrit est divisé en 4 parties :

Chapitre 1 Etat de l'art

Dans ce chapitre, nous présentons le principe de la tomographie aux rayons X aussi bien celle pratiquée avec des rayonnements synchrotron qu'avec des sources de laboratoires. Nous préciserons ce qu'est la tomographie locale et les problèmes que cela peut poser. Nous présenterons les différents modes d'utilisation de la tomographie en science des matériaux ainsi que les essais in situ qui ont été développés. Nous nous attarderons sur la technique de reconstruction des images par rétroprojection filtrée et certaines techniques utilisées en tomographie locale. Nous présenterons enfin l'utilisation de la tomographie multi-résolution en science des matériaux.

Chapitre 2 Matériaux et méthodes expérimentales

Nous présenterons rapidement les différents matériaux cellulaires que nous avons utilisés dans cette thèse, à savoir des mousses ouvertes de Titane et d'aluminium et des mousses mixtes en acier inoxydable (empilement de sphères creuses). Nous montrerons les différentes techniques de tomographie (synchrotron et laboratoire) que nous avons utilisées notamment les scans à haute et basse résolution sur un même échantillon. Nous décrirons les essais in situ qui ont permis d'étudier le comportement en traction des mousses ouvertes d'aluminium et des empilements de sphères creuses. Enfin nous présenterons comment les simulations numériques ont pu être menées à partir des données tomographiques sur le code de calcul ABAQUS.

Chapitre 3 La reconstruction en tomo locale

Dans ce chapitre, nous présentons la technique de correction que nous proposons pour améliorer la reconstruction en tomographie locale. Le principe assez simple consiste à utiliser une image à basse résolution pour corriger les images à haute résolution. Nous utiliserons un fantôme de Shepp-Logan plongés dans différents environnements représentatifs de cas réels : Matériaux massifs avec un différent coefficient d'absorption, Matériaux cellulaires, zone de champ de vue centré ou non centré. Dans chacun des cas nous montrerons l'intérêt de la correction selon le degré de tomographie locale et en fonction des environnements. Nous verrons que la correction que nous proposons permet d'éviter une dégradation de l'image avec le degré de tomographie locale. Nous montrerons enfin l'effet de cette correction sur un matériau réel : une mousse de Titane. Tout ceci permettra de montrer dans quelle mesure la correction est nécessaire ou non selon le degré de la tomographie locale.

Chapitre 4 Comportement en traction de matériaux cellulaires.

Dans ce dernier chapitre, nous présenterons l'intérêt de l'utilisation d'une caractérisation multi-échelles pour la compréhension du comportement en traction des matériaux cellulaires (mousse ouverte d'aluminium et empilements de sphères creuses). Des essais in situ interrompus ont été menés sur un tomographe de laboratoire pour les deux types de mousses à haute et basse résolution : cela permet d'avoir une vue globale de la mousse mais aussi une vue locale au niveau des parois. Nous verrons que ces analyses locales permettent de comprendre pourquoi les simulations éléments finis sur ABAQUS ne permettent pas de prédire correctement le comportement en traction.

Chapitre 1:

État de l'art

Chapitre 1: État de l'art

1.1 La tomographie aux rayons X:

1.1.1 Introduction^[1]

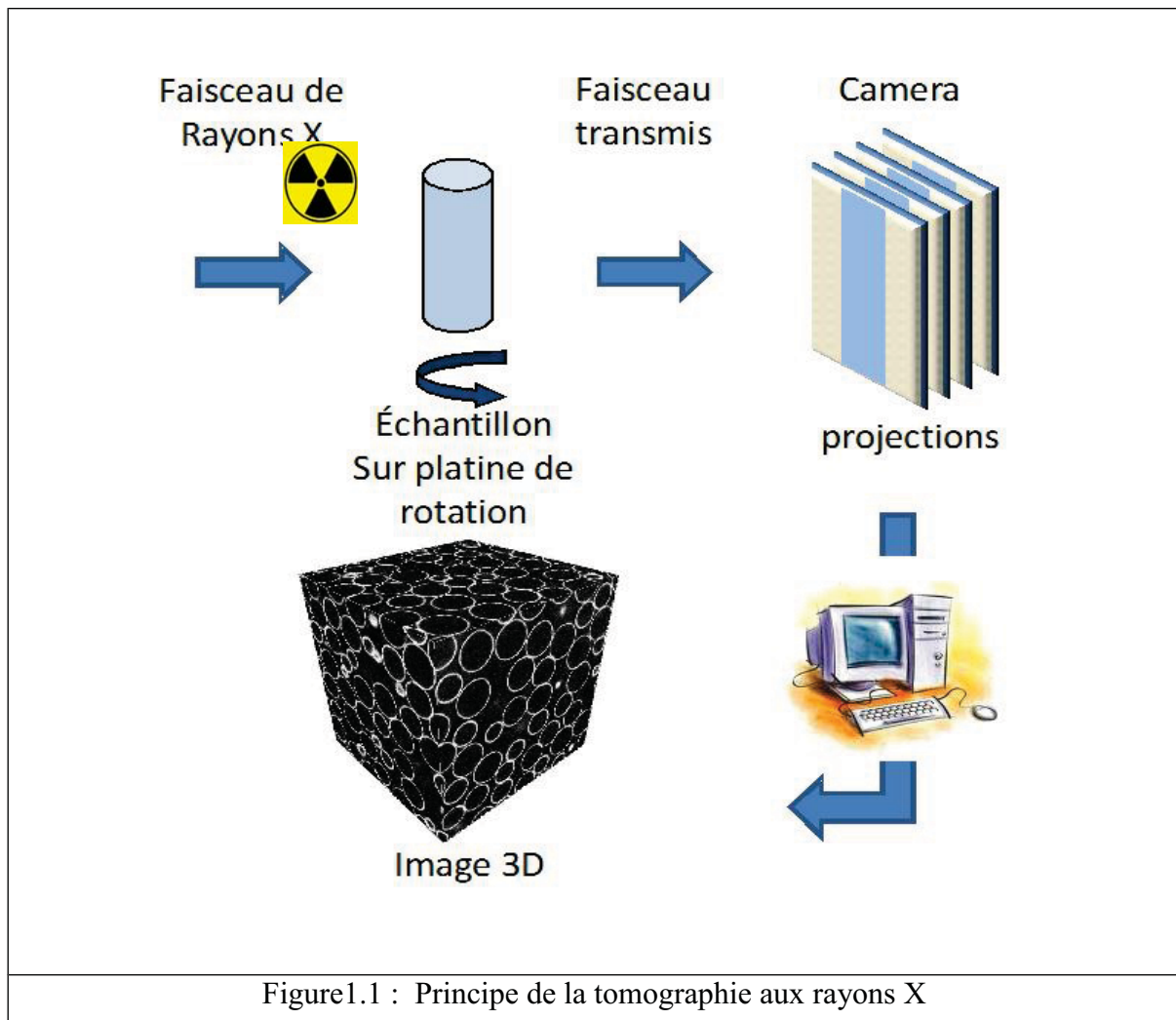
Depuis une dizaine d'année, la technique de tomographie aux rayons X est utilisée pour caractériser la microstructure des matériaux denses ou poreux^{[2][3][4][5]}. C'est une technique non destructive qui permet d'obtenir une image en trois dimensions. Cette caractérisation tridimensionnelle a permis de mieux décrire les phénomènes physiques intervenant à des échelles locales et leur implication sur les propriétés. Dès les années 70, cette technique a été développée et utilisée dans le domaine médical. La résolution spatiale n'était alors pas très bonne (environ 300 microns) à cause de la technologie encore peu mûre dans le domaine des détecteurs et des sources de rayonnement. Avec le développement des moyens informatiques et optiques, une résolution de l'ordre du micron peut être aujourd'hui obtenue de manière assez courante^{[6][7]}.

1.1.2 Principe^[1]

La tomographie aux rayons X est basée sur la loi de Beer-Lambert qui donne pour un faisceau d'énergie de photons E , le nombre de photons transmis N_I en fonction du nombre de photons incidents N_0 . Le rapport entre N_I et N_0 dépend du coefficient d'absorption μ des matériaux le long du trajet S :

$$\frac{N_I(E)}{N_0(E)} = \exp \left[- \int_S \mu(s) ds \right] \quad (1)$$

μ peut être variable le long de S d'où l'utilisation de $\mu(s)$ dans la formule ci-dessus. Cette différence de μ est à l'origine du contraste détecté en radioscopie d'absorption des rayons X. Chaque point d'un détecteur placé derrière un objet irradié recevra un nombre de photons dépendant du chemin traversé. L'utilisation des projections de μ (qui contiennent des informations sur la microstructure), au moyen d'un algorithme de reconstruction, permet d'obtenir le volume en 3D de l'éprouvette (figure1.1).



Par exemple, pour illustrer cette loi, dans l'eau, le coefficient d'atténuation μ est de $0,15 \text{ cm}^{-1}$ pour une énergie de 140 keV. Le pourcentage de photons de 140 KeV transmis après la traversée de 10 cm d'eau peut être calculé de la façon suivante :

$$N_I = N_0 \exp(-0,15 * 10) = 0,22 N_0, \text{ soit } 22\% \quad (2)$$

a) Tomographie d'absorption des rayons X

La tomographie permet de surmonter cette complexité. Cette technique combine les informations fournies par un très grand nombre de radiographies, chacune étant réalisée pour un angle différent de l'échantillon par rapport aux rayons X et au détecteur qui demeure fixe. Si l'angle entre chaque vue est suffisamment petit et la source de rayons X est monochromatique, il devient possible, à partir d'un ensemble complet de radioscopies, de calculer par reconstruction informatique la valeur locale du coefficient $\mu(x,y,z)$ en chaque point de l'échantillon. La taille de l'échantillonnage 3D est conditionnée par la résolution du système d'imagerie. Le volume élémentaire autour de chaque point reconstruit est appelé voxel (extension du pixel en 3D). Il est possible de descendre à des résolutions latérales inférieures au micromètre. L'étape de reconstruction est en général basée sur un algorithme de type rétro-projection filtrée.

b) Contraste de phase et holohomographie

L'indice de réfraction des rayons X est légèrement différent de 1. Un faisceau de rayons X se propageant voit sa phase modulée pendant sa traversée d'un échantillon ou en traversant différents constituants au sein d'un même échantillon. Un déphasage peut être par exemple être induit entre deux faisceaux parallèles se propageant de part et d'autre d'une interface entre deux constituants. Ce déphasage entraîne, après propagation à l'air libre derrière l'échantillon, un contraste qui s'ajoute à l'atténuation classique. Une redistribution spatiale des photons due à de légères déflexions (plus généralement, on pourra dire « due à de la diffraction de Fresnel ») se produit. Ce type de contraste ne permet plus d'avoir une information quantitative en imagerie d'absorption. Cependant il rend également possible un mode d'imagerie dit 'de phase'. Ce mode d'imagerie est basé sur la propagation simple[2]. L'apparition du contraste peut être comprise comme due à l'interférence entre des parties du

front d'onde déviées différemment. Ces interférences ne sont possibles qu'après propagation sur une certaine distance. La cohérence spatiale des rayons X produits à l'ESRF assure un bon contraste du réseau d'interférence. L'imagerie en mode de phase est très utile quand le contraste d'atténuation est faible entre deux composants ou bien quand les matériaux à visualiser présentent peu de contraste avec l'air ambiant (cas des polymères).

Le dispositif est le même qu'en microtomographie d'atténuation. La sensibilité au déphasage est obtenue très simplement en augmentant la distance entre l'échantillon et le détecteur, autrement dit en augmentant la distance de propagation des rayons déphasés, pour que puissent se construire les interférences. Il a par exemple été montré dans [3] qu'on augmente la sensibilité à la détection de fissures très peu ouvertes sous voxel. Une approche plus quantitative: la holotomographie [8][9], a été développée pour la valeur exacte de la phase dans une radioscopie afin de permettre la reconstruction 3D quantitative de l'indice de réfraction (au lieu de la reconstruction du coefficient d'absorption en tomographie d'absorption classique). La procédure de détermination de la phase est basée sur l'obtention de radiosopies pour plusieurs (entre 2 et 4) valeurs de la distance entre échantillon et détecteur. On peut ensuite en chaque point de l'échantillon quantifier l'écart entre 1 et l'indice de réfraction local du voxel considéré. Cet écart est proportionnel à la densité électronique ou massique du matériau dans ce voxel. Ceci donne lieu à une information de nature différente par rapport à l'atténuation. L'utilité d'un tel contraste sera illustrée sur quelques exemples plus loin.

La résolution finale obtenue sur les éprouvettes dépend des éléments optiques du détecteur. La mécanique de la platine de rotation doit être suffisamment précise pour ne pas altérer la résolution. Le détecteur radioscopique surtout est un élément particulier sur lequel la technologie a beaucoup progressée récemment.

1.1.3 La tomographie aux rayons X en faisceau conique

La tomographie aux rayons X en faisceau conique s'est considérablement développée depuis les années 2000 en laboratoire (figure 1.2a). Un tomographe aux rayons X comprend une source, une platine de rotation et un détecteur de rayons X (figure 1.2b). La taille d'un tomographe de laboratoire étant raisonnable, il peut être très facilement installé dans une salle du laboratoire. Les sociétés Xradia, Skyscan, Phoenix, RX solution... (pour ne citer que quelques exemples, les plus connus de l'auteur) peuvent fabriquer ces tomographes aux rayons X.

Le laboratoire MATEIS de INSA LYON, possède par exemple un tomographe depuis juin 2006 (www.phoenix-xray.com). Ce tomographe a un volume utile interne de 1*1*1m et des possibilités de raccordement en eau, air et électricité, il permet donc d'utiliser des dispositifs de sollicitation mécanique afin de réaliser des essais in situ. La résolution dépend de la distance entre l'objet et la source: la meilleure résolution est de l'ordre de 1 μ m. La tension d'accélération de travail du tube à rayons X est réglable entre 40 kV et 160 kV. La taille du foyer peut varier d'une dizaine de micromètre à moins de 1 μ m selon la résolution recherchée et la puissance demandée. Le détecteur est fabriqué en silicium amorphe. Il possède une taille de pixel latérale carrée de 127 μ m de côté, pour des dimensions de 1920*1536 pixels. Si nous voulons obtenir une meilleure résolution, la taille de l'échantillon doit être la plus petite possible, ainsi pour une résolution de proche de 1 μ m, la dimension la plus grande de l'échantillon est au maximum de 2mm si l'on veut avoir l'échantillon entièrement dans le champ de vue de la caméra. Si on tolère que l'échantillon soit plus grand que le champ de vue (tomographie locale : l'objet de cette thèse) alors l'échantillon peut avoir des dimensions plus grandes.



Figure 1.2a : Photographie du tomographe MATEIS(phoenix-xray)

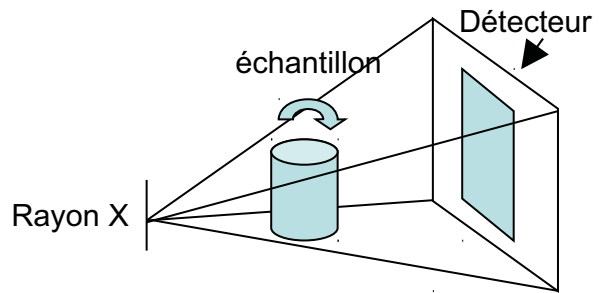

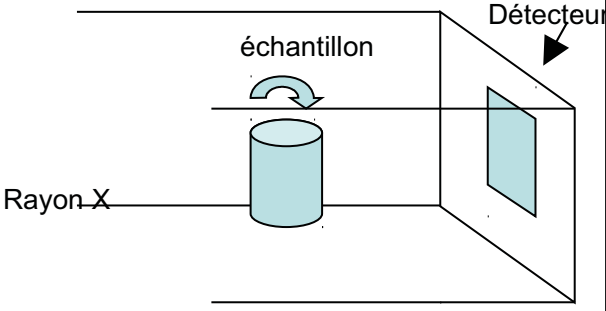


Figure 1.2b : Géométrie en faisceau conique

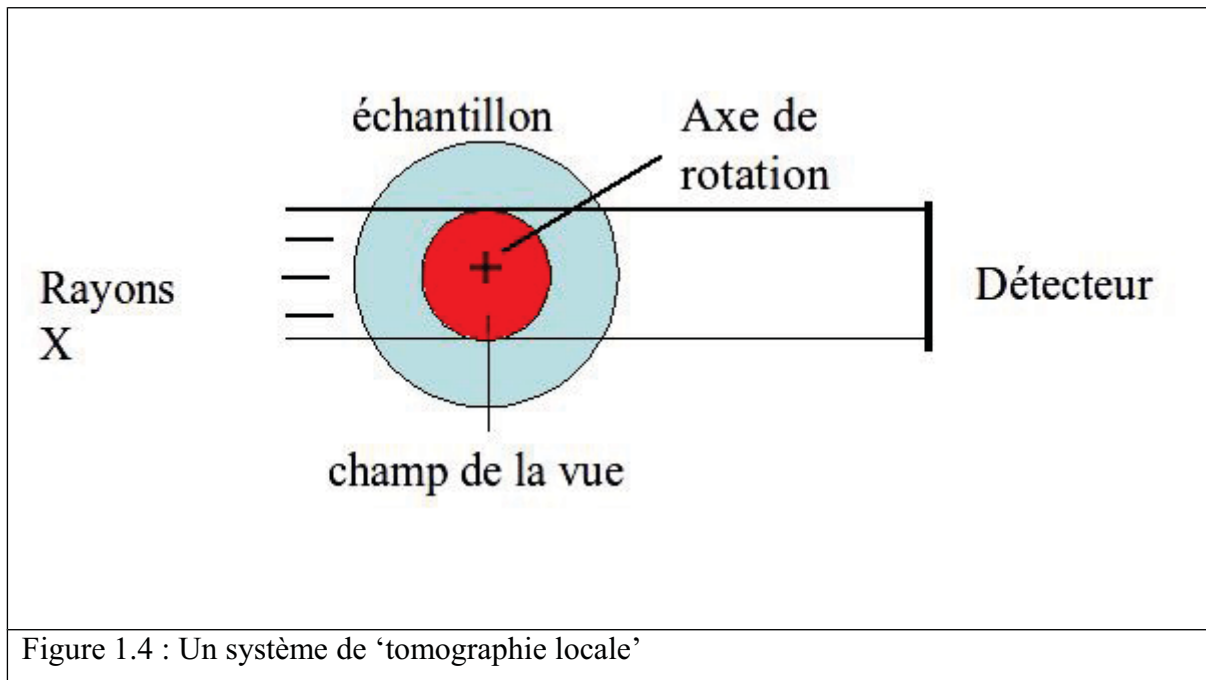
1.1.4 La tomographie aux rayons X en faisceau parallèle

La tomographie aux rayons X en faisceau parallèle est plus difficile à mettre en place au laboratoire, car pour disposer d'un faisceau parallèle au niveau de l'échantillon, il faudrait fortement éloigner la source. Les sources synchrotron sont plus adaptées à l'ESRF (figure 1.3a) de Grenoble, SLS ou Soleil ... etc. Cette tomographie présente des résolutions spatiales de l'ordre du micron couramment, même si certains dispositifs particuliers permettent de descendre à des valeurs de l'ordre de 100 nm. La source peut dans ces tomographes être considérée comme ponctuelle et elle est en général très éloignée de l'échantillon et du détecteur donc le faisceau X est un faisceau parallèle. Le rayon traversant l'échantillon est détecté par une caméra CCD (figure 1.3b) sans agrandissement de l'objet comme le faisceau parallèle. La caméra CCD comprend maintenant assez classiquement 2048 x 2048 pixels.

	
<p>Figure 1.3a : Photo aérienne de l'ESRF (Image credit: A. Petricola, copyright 2008 A. Petricola).</p>	<p>Figure 1.3b : Géométrie en faisceau parallèle</p>

1.1.5 Tomographie locale

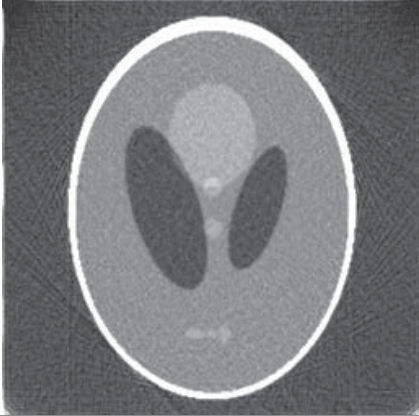
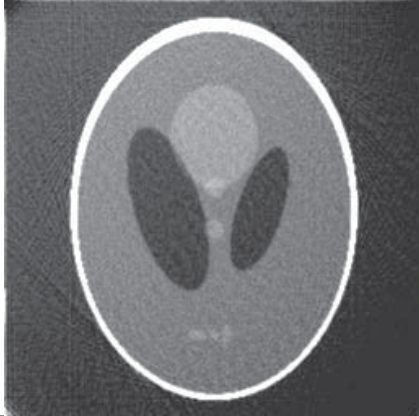
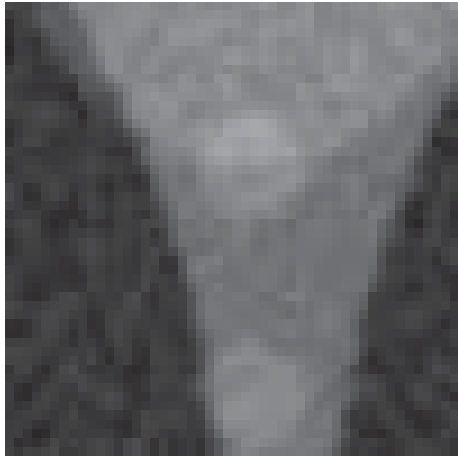
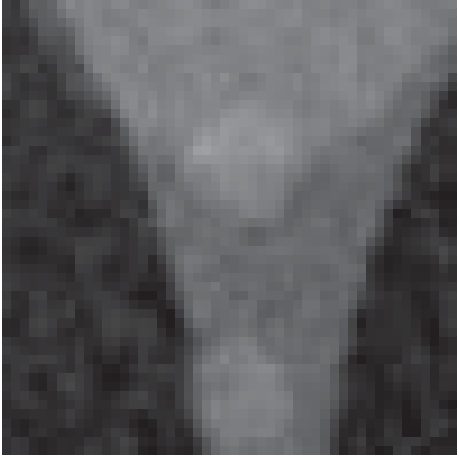
A cause de la taille des détecteurs, le champ de vue est limité : il vaut dans chaque direction le produit du nombre de pixel par la résolution du détecteur. Ainsi avec une caméra 2048 x 2048 et une optique de $1\mu\text{m}$, le champ de vue est de $2,048 \times 2,048 \text{ mm}^2$. Lorsque l'échantillon est plus grand que ce champ de vue, on parle de tomographie locale: le détecteur perd une partie de l'information, au moins sous certains angles. La figure 1.4 montre un système en condition de 'tomographie locale'. La zone rouge est la partie de l'échantillon qui peut être complètement observée sur le détecteur et qui pourra donc être reconstruite.



Les projections en 'tomographie locale' comprennent des informations sur la région bleue autour de la région rouge sur la figure 1.4. Si la région rouge est bien centrée, et l'échantillon est globalement homogène, une bonne approximation au centre de la structure de l'échantillon peut être obtenue. La figure 1.5a, réalisée par nos soins à partir d'un fantôme de Shepp-Loggan montre que dans ce cas, l'image de la reconstruction à partir des projections est très proche de l'image de la reconstruction en tomographie conventionnelle. Dans le deuxième cas (figure 1.5b), l'échantillon n'est pas homogène et n'est pas installé au centre, l'image de la reconstruction n'est alors pas très bonne (figure 1.5d).

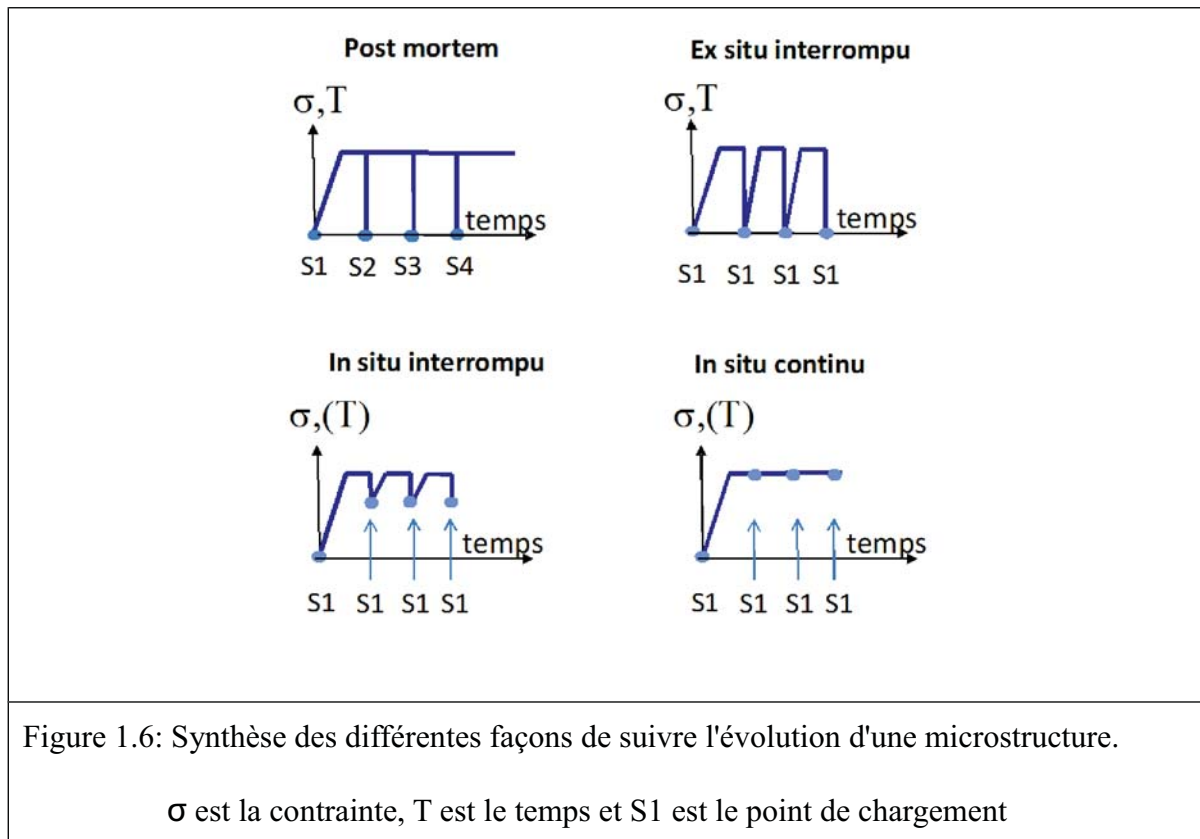
La qualité de la reconstruction en tomographie locale va donc dépendre a priori :

- de l'environnement de l'échantillon (homogénéité, centrage),
- du rapport entre la zone vue et la taille de l'échantillon.

	
<p>Figure 1.5a: Reconstruction si l'échantillon est bien centré</p>	<p>Figure 1.5b : Reconstruction si l'échantillon n'est pas installé au centre</p>
	
<p>Figure 1.5c: Zoom de la reconstruction si l'échantillon est bien centré</p>	<p>Figure 1.5d : Zoom de la reconstruction si l'échantillon n'est pas installé au centre</p>

1.2 Suivi de l'évolution d'une microstructure [6-15]

En science des matériaux, il est fréquent de suivre l'évolution d'une microstructure sous l'effet d'un stimulus (contrainte ou température). Il existe plusieurs manières de faire ce suivi en tomographie qui sont présentées sur la figure 1.6.



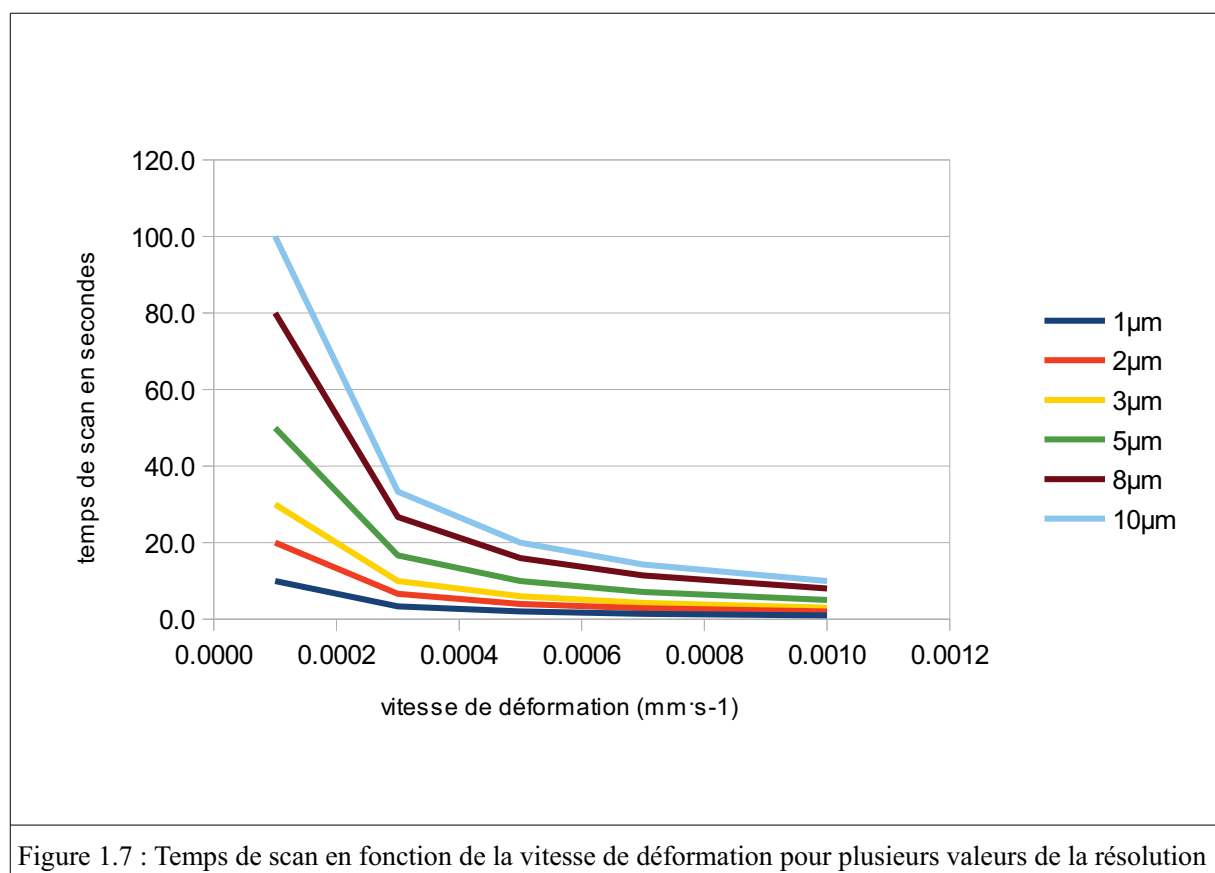
Tomographie post mortem : un échantillon après son traitement thermique ou après un essai mécanique est observé. Pour suivre des évolutions microstructurales. Il faudra donc observer plusieurs échantillons différents.

Tomographie ex situ : le même échantillon est suivi mais le dispositif pour l'essai (four ou machine de traction) n'est pas monté sur le tomographe : cela nécessite, par exemple pour un traitement thermique, de refroidir et réchauffer l'échantillon, ce qui peut avoir des conséquences sur les mécanismes observés. Pour des essais mécaniques, le fait de relâcher la contrainte peut aussi avoir des conséquences. Par contre dans cette configuration il n'y a pas vraiment de limitation sur le temps de scan .

Tomographie in situ interrompue : le même échantillon est suivi lors d'un essai mais l'essai est interrompu pour effectuer le scan tomographique. Cette technique nécessite des dispositifs d'essai spécifique à monter sur le tomographe. Ceci a surtout été réalisé pour des essais mécaniques à froid. Il peut cependant y avoir une relaxation pour certains matériaux qui peut

donc poser problème: en général ce type de tomographie n'est pas utilisé pour les traitements thermiques ou les essais mécaniques à chaud.

Tomographie in situ continue : le même échantillon est suivi lors d'un essai mécanique ou d'un traitement thermique et cet essai n'est pas interrompu durant le scan. Ceci suppose que le matériau ne change pas trop d'état au cours du scan et donc cela requiert des temps d'acquisition rapides ou alors de réduire les vitesses de chauffage ou de traction et de la résolution.

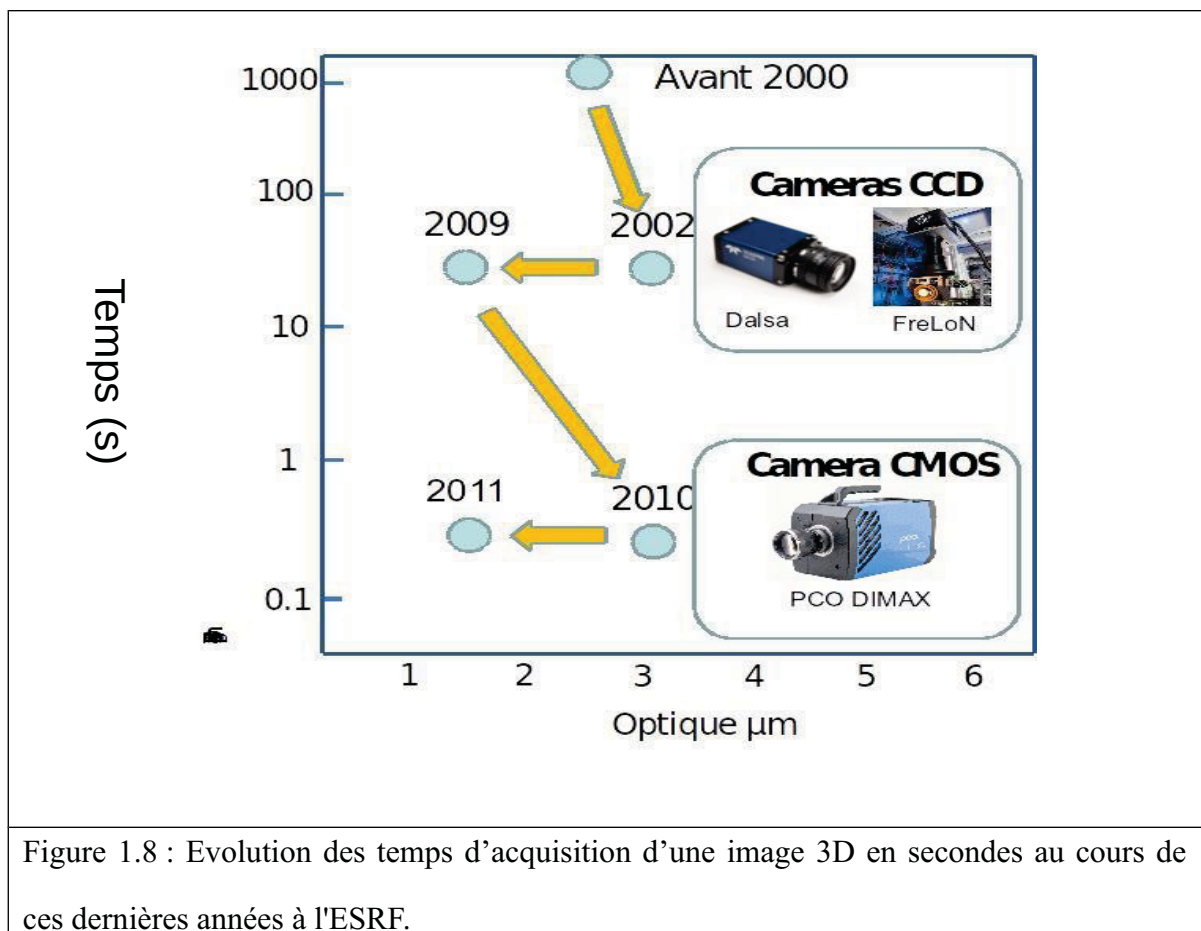


On peut calculer le temps de scan maximal admissible en fonction de la vitesse de déformation lors d'un essai de traction ou de compression en supposant une longueur utile de 1mm (typique) et en fixant comme critère que le mouvement de l'échantillon durant le scan doit être inférieur à la résolution.

On peut aussi par exemple calculer le temps de scan minimal nécessaire en fonction de la vitesse de chauffage ou de refroidissement lors d'un traitement thermique en fixant par exemple que la variation de température ne doit pas être de plus de 1°C durant un scan.

1.2.1 Réduction des temps d'acquisition

Comme il a été expliqué l'acquisition d'une image 3D nécessite la prise de plusieurs centaines de projections. Le temps d'acquisition d'une image 3D va dépendre du nombre de projections, du temps d'exposition pour chaque image qui lui-même dépendra du couple scintillateur / optique, le scintillateur convertissant les rayons X en visible mais aussi du type de caméra utilisé (CCD ou CMOS). La figure 1.8 illustre les évolutions des vitesses d'acquisition au cours de ces dernières années pour la micro-tomographie à l'ESRF et indique l'optique utilisée ce qui donne une idée de la résolution spatiale (environ 2 fois la taille du pixel).



1.2.2 Essai in situ



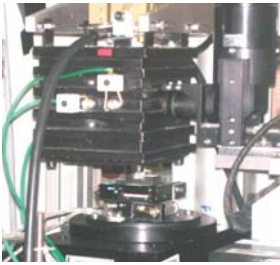

Pour progresser dans la compréhension des mécanismes de déformation et d'endommagement dans le domaine de la science des matériaux, il est préférable d'être capable d'observer les échantillons en même temps qu'on les déforme ou qu'on les chauffe. L'application de tels essais in situ sous microscope électronique à balayage est un exemple du succès rencontré quand on utilise ces méthodes. La micro-tomographie étant une méthode non-destructive, elle permet de faire ce même type d'études mais cette fois en 3D et donc de pouvoir suivre les mécanismes au cœur des matériaux.

La tomographie rapide a ainsi été utilisée dans le cas de la traction à température ambiante[3] de la refusion partielle d'alliages d'aluminium[4], de la solidification in situ d'alliages d'aluminium[11][12], de la fermentation du pain et plus récemment au cours d'essai de traction à chaud in situ d'alliages de Magnésium ou d'alliages d'Aluminium[12] en cours de solidification. Cette technique permet d'imager en moins de 20 secondes un matériau en 3D[13]. Elle est très adaptée aux essais in situ où la microstructure évolue rapidement au cours d'un traitement thermique ou d'une déformation mécanique[10][11]. Il est maintenant possible de faire des images 3D en moins de 0.2 secondes avec les caméras CMOS ce qui ouvre des perspectives énorme en terme de suivi in situ notamment lors de chargement mécanique à haute température.

1.2.3 Traitements thermiques in situ

Afin de suivre des transformations structurales telles que le frittage ou le mouillage aux joints de grains, des fours compatibles avec la tomographie ont été développés. Il existe deux systèmes principaux, des fours fixes où l'échantillon tourne ou alors des systèmes où le four tourne avec l'échantillon. Dans ce dernier cas une absorption faible et homogène du faisceau pendant toute la rotation sur 180 degrés peut être obtenue avec une chambre cylindrique en


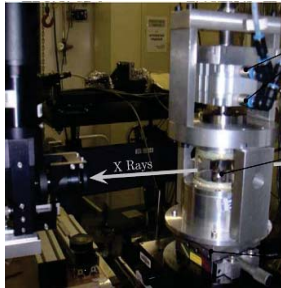
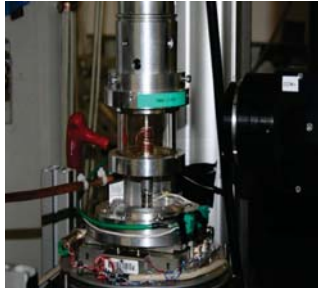
quartz pur à parois fines. Le niveau de vibrations doit être faible afin de permettre une résolution micrométrique. La figure 1.9 présente les différents types de fours disponibles à l'ESRF et quelques-unes de leurs caractéristiques.

ESRF ID15	ESRF pool	Mines de Paris	SIMAP – GPM2
			
200 – 1100°C	100 – 1000°C	600 – 1600°C	200 – 800°C
Air ou flux gazeux	Vide	Air	Air
Pas de visibilité	Visibilité	Pas de visibilité	Visibilité
fixe	tournant	fixe	Fixe
Figure 1.9 : Les différents fours disponibles pour des essais in situ en tomographie			

Le gas blower est un autre dispositif nouveau qui a été peu utilisé à l'ESRF jusque là. Le four cloche avait jusque là été utilisé en radiographie lors d'une étude sur le mouillage par les métaux liquides et à assez basse température [14]. L'échantillon est serré dans un porte échantillon en Molybdène, ce qui peut limiter les applications du fait des efforts mis en jeu, et est chauffé par une résistance placée sous l'échantillon le tout étant sous vide. Le vide est nécessaire car le porte échantillon est en Mo. Un refroidissement est nécessaire au bas du dispositif pour éviter que le moteur de rotation ne chauffe trop. Les détails sur ce four peuvent être trouvés dans la référence [15]. La figure 1.11 montre les différents fours disponibles pour des essais in situ en tomographie. Le four ID15 est un four "maison" développé sur ID15 de conception simple mais efficace qui a notamment pu être utilisé pour des études de frittage du cuivre [16] et les études en solidification. Enfin le four de l'Ecole des Mines de Paris a été développé par S. Gailliègue et K. Madi pour permettre l'étude de traitement thermique sur des

céramiques à haute température (dans une plage de température de 550°C - 1600°C : en dessous de 550°C les résistances s'abiment vite). Il présente la particularité pour un four fixe de minimiser la distance entre l'échantillon et le détecteur du fait du décentrage de l'axe de l'échantillon par rapport à l'axe du four. Il a été utilisé pour des études de solidifications. Il existe aussi un four réalisé par le SIMAP (200-800°C) et qui a été utilisé pour des études de solidification.

1.2.4 Essais mécaniques in situ

MATEIS	MATEIS	MATEIS - SIMAP
		
Traction / compression à l'ambiante	Fatigue	Traction à chaud
Figure 1.10 : Les différentes machines de traction disponibles pour des essais in situ en tomographie		

Appliquer le même type de concepts en termes d'essais mécaniques n'est également pas trivial car les montants des machines de sollicitation masquent obligatoirement l'échantillon sur une certaine plage angulaire. Les radiographies ne sont plus disponibles sous tous les angles et ceci perturbe la reconstruction par rétroprojection filtrée. Pour pallier à cet inconvénient, les machines de sollicitation mécanique in situ développées et utilisées en tomographie comportent un tube cylindrique en aluminium, quartz ou polymère, qui transmet la charge du mors du haut au mors du bas de la machine. Ce tube absorbe peu les rayons X et surtout il les absorbe de la même manière sous tous les angles. Ce principe a été appliqué dès l'année 1996 pour concevoir des machines de traction et/ou compression [17][18][19] et plus récemment, pour une machine de fatigue [20]. L'un des inconvénients du tube est qu'il oblige

à positionner la caméra à au moins 35 mm de l'échantillon en combinant du dispositif ce qui induit du contraste de phase qui n'est pas toujours souhaité sur les images. Un dispositif de traction à chaud a aussi été développé sur la base de ces dispositifs en collaboration entre MATEIS et SIMAP (figure 1.10). De manière à obtenir des sollicitations multiaxiales un dispositif a été développé au laboratoire 3S à Grenoble pour étudier la localisation de la déformation dans les géomatériaux[21][22]. Les caractéristiques principales des différentes machines sont présentées ci-dessous :

Caractéristiques	Traction/compression INSA	Fatigue INSA	Dispositif 3S
Gamme de rotation avec visibilité	360°	360°	360°
Température	Ambiante	Ambiante	Ambiante
Type de sollicitation	uniaxial	uniaxial	triaxial

1.3 Méthode de reconstruction

1.3.1 Sinogramme[1]

L'ensemble de la valeur de ces intégrales selon x le long de l'axe y perpendiculaire à x forment une ligne de projection (figure 1.11) sur le fantôme Shepp-Logan .

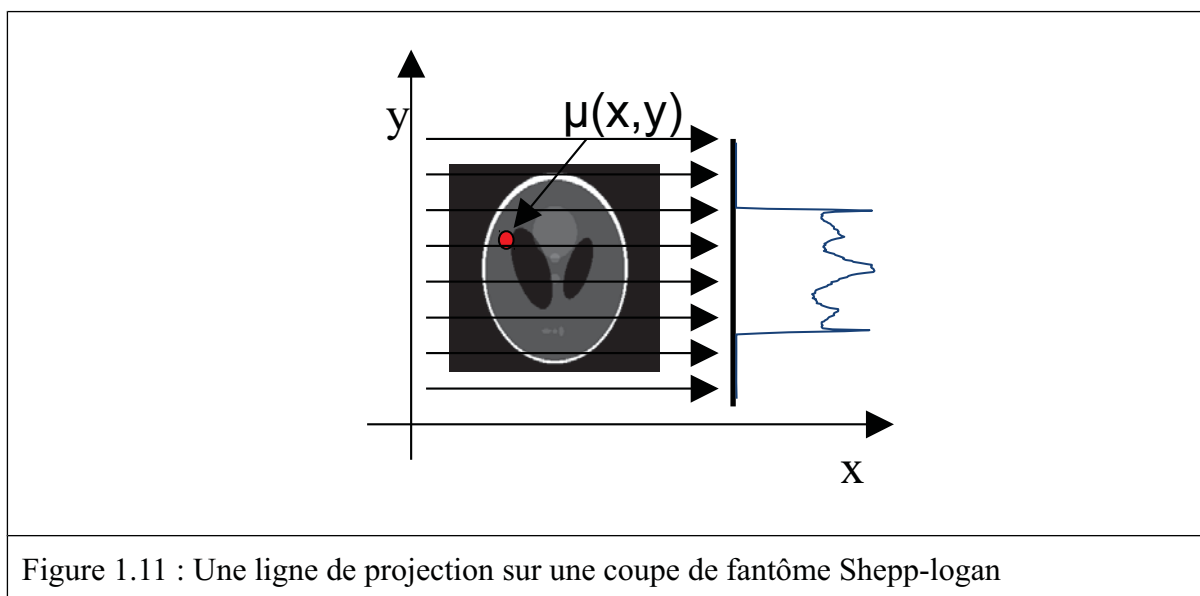
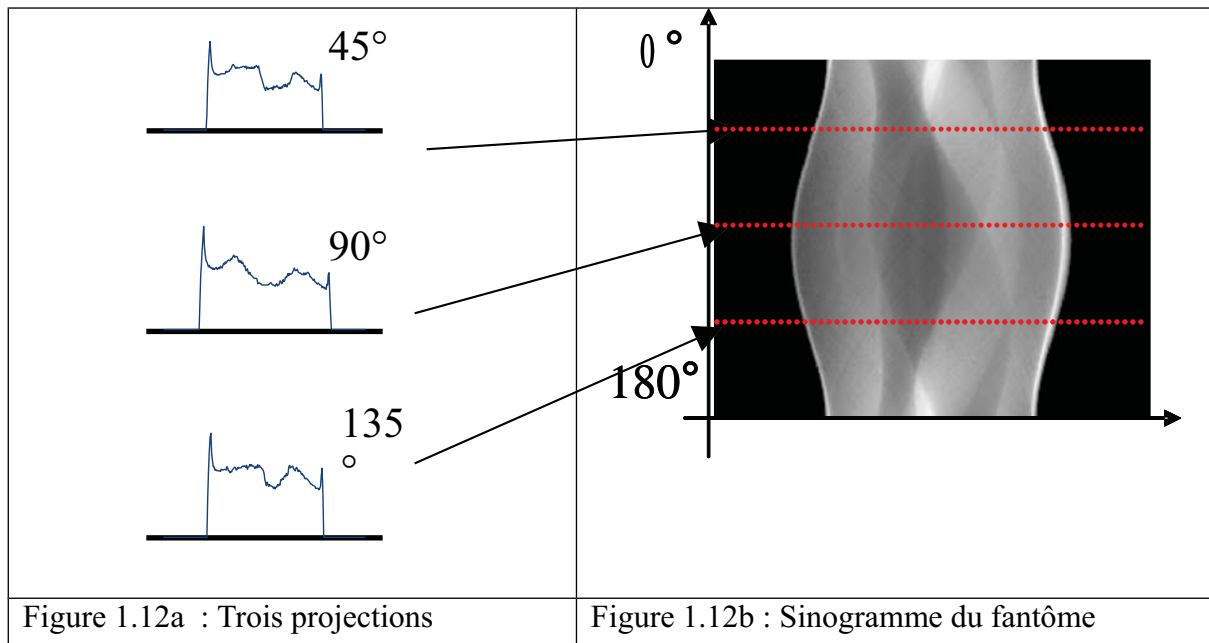




Figure 1.11 : Une ligne de projection sur une coupe de fantôme Shepp-logan

Lors des reconstructions on utilise souvent la notion de sinogramme qui est différente de la notion de projection.




Les projections et les sinogrammes contiennent les mêmes informations, ils ne diffèrent que par l'organisation selon laquelle les informations sont représentées. Le sinogramme contient toute l'information relative à une même coupe de l'échantillon (figure 1.11) qui est obtenue pour tous les angles de projection (figure 1.12); le sinogramme pour une coupe ne permet de reconstruire que cette même coupe. La projection contient l'information de toutes les coupes obtenue pour une incidence angulaire unique. La figure 1.13 montre un sinogramme et une reconstruction à partir d'un fantôme de Shepp Logan sur lequel ont été ajoutés trois inclusions.

	
Figure 1.13a: Un sinogramme du fantôme avec 3 inclusions	Figure 1.13b : Une reconstruction correspondante au sinogramme 1.18a

1.3.2 Rétroprojection filtrée[1][42][43]

La première opération intuitive qui peut être mise en œuvre, est la rétroprojection. Elle correspond à la valeur moyenne de toutes les projections sur chaque point de l'objet à l'emplacement correspondant. Le résultat de la rétroprojection du sinogramme de la figure 1.12 dans une matrice 256 *256 pixels est présenté sur la figure 1.14.


Figure 1.14: Rétroprojection du sinogramme

L'image de rétroprojection comparée avec l'objet initial est très floue. Ceci est dû au processus pour obtenir la rétroprojection à partir des projections : en effet chaque pixel contient des informations sur l'objet à la position choisie, mais aussi des informations sur le reste de l'objet. Il est nécessaire de faire une correction mathématique pour obtenir la rétroprojection à partir des projections par un pré-filtrage approprié des projections (filtre ramp), on parle alors de rétroprojection filtrée (FBP=Filtered BackProjection).

Le théorème de la 'coupe-projection' est la base de nombreuses méthodes de reconstruction, il stipule que la transformation de Fourier 1D $\hat{p}(R, \theta)$ de la projection $p(R, \theta)$ dans la direction de θ est égal à la coupe transversale, dans la même direction θ , de la transformation de Fourier 2D $\hat{\mu}(v_1, v_2)$ de la fonction $\mu(x, y)$: $\mu(R \cos \theta, R \sin \theta)$

Du théorème de coupe-projection peut être construit une méthode de reconstruction : si les projections de l'échantillon sont acquises sur 180° , alors l'ensemble de leurs transformations de Fourier 1D constitue une représentation, sur une grille polaire, de la transformée de Fourier 2D de $\mu(x, y)$. Si un rééchantillonnage d'un système de coordonnées polaires à cartésien est suivi d'une transformation inverse de Fourier 2D, puis si la reconstruction est effectuée, alors il est possible de reconstruire la coupe. Cette méthode s'appelle la méthode de Fourier.

Une autre méthode, appelée la méthode FBP (Filtred Back Projection), peut être déduite de la méthode de Fourier. La transformation inverse 2D de $\mu(v_1, v_2)$ s'écrit:

$$\mu(x, y) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} \hat{\mu}(v_1, v_2) \cdot e^{2i\pi(v_1 x + v_2 y)} dv_1 dv_2 \quad (3)$$

Si (R, θ) sont les coordonnées polaires dans l'espace (v_1, v_2) de Fourier, il vient en prenant en compte les projections de symétrie :

$$\mu(x, y) = \int_0^\pi \int_{-\infty}^{\infty} \hat{\mu}(R \cos \theta, R \sin \theta) \cdot e^{2i\pi(x \cos \theta + y \sin \theta)} |R| dR d\theta \quad (4)$$

ou encore

$$\mu(x, y) = \int_0^\pi \int_{-\infty}^{\infty} \hat{p}(R, \theta) \cdot e^{2i\pi(x\cos\theta + y\sin\theta)} |R| dR d\theta \quad (5)$$

qui est la formule de la méthode de reconstruction FBP. La première étape de cette méthode est la suivante:

$$HDp(r, \theta) = \int_{-\infty}^{\infty} \hat{p}(R, \theta) \cdot e^{2i\pi Rr} |R| dR \quad (6)$$

Cette opération de filtrage est appliquée à la projection $p(R, \theta)$, le filtre est représenté dans le domaine fréquentiel par $|R|$. Ce filtre est noté HD, car il s'agit de la transformation de Hilbert de la première dérivée, c'est le filtre « rampe ».

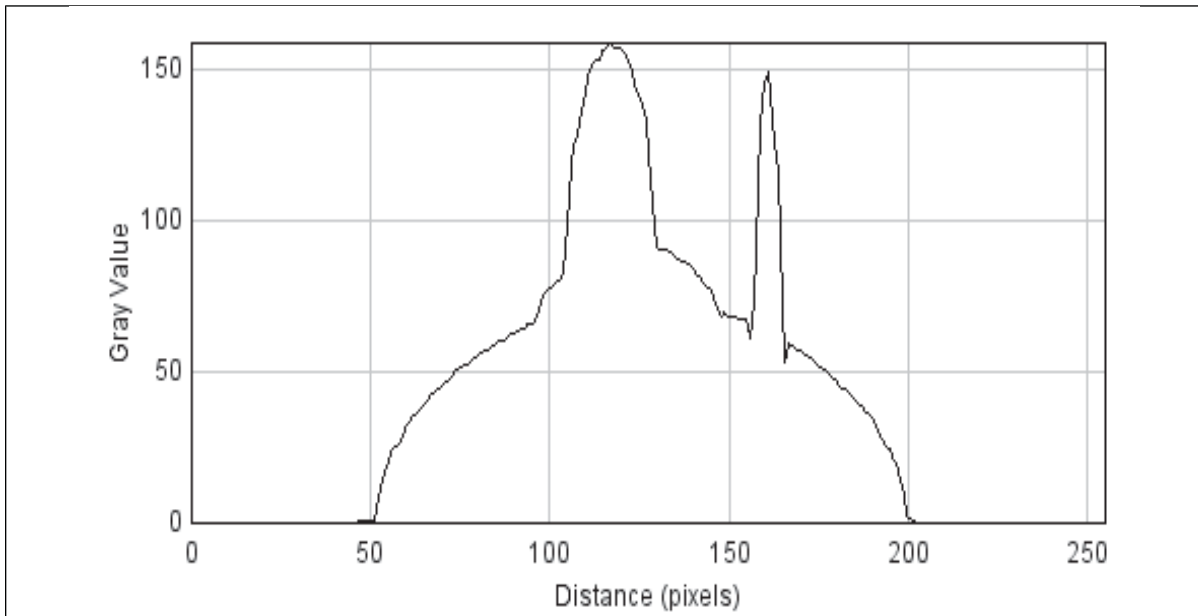
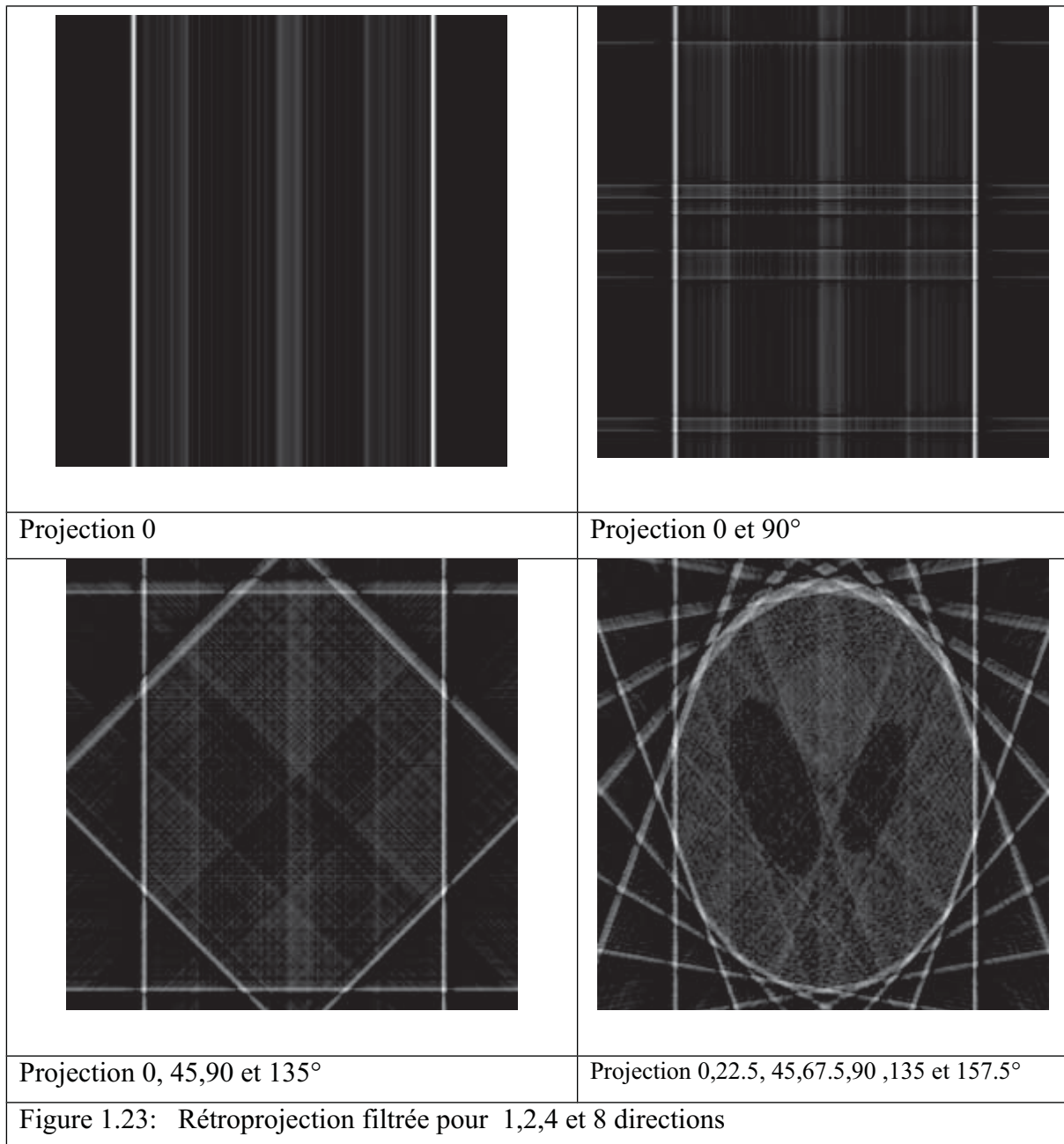


Figure 1.22: Projection pour $\theta = 0$

Cette opération de filtrage a pour effet de rehausser les des composants hautes fréquence sur la projection (figure 1.22), ce qui compensera la contribution des autres projections à l'étape de rétroprojection (figure 1.23).



La deuxième étape de la reconstruction FBP consiste à calculer :

$$\mu(x, y) = \int_0^{\pi} HDp(R, \theta) d\theta \quad (7)$$

où $x=R\cos\theta$, $y=R\sin\theta$.

C'est la rétroprojection des projections filtrées. Cette opération est illustrée sur la figure 1.23. En présence de bruit, il est important de filtrer les projections car le filtre 'rampe' tend à augmenter les fréquences élevées. Habituellement, le filtre est multiplié par une fonction, comme une fenêtre de Hanning, ce qui permet d'éliminer les hautes fréquences. Si R_c est la fréquence de coupure, le filtre devient:

$$f(R) = |R| \left[\frac{1 + \cos\left(\frac{\pi R}{R_c}\right)}{2} \right]^e \quad \text{pour } |R| < R_c < \frac{1}{2 \cdot \Delta r} \quad (8)$$

$$\text{sinon } f(R) = 0$$

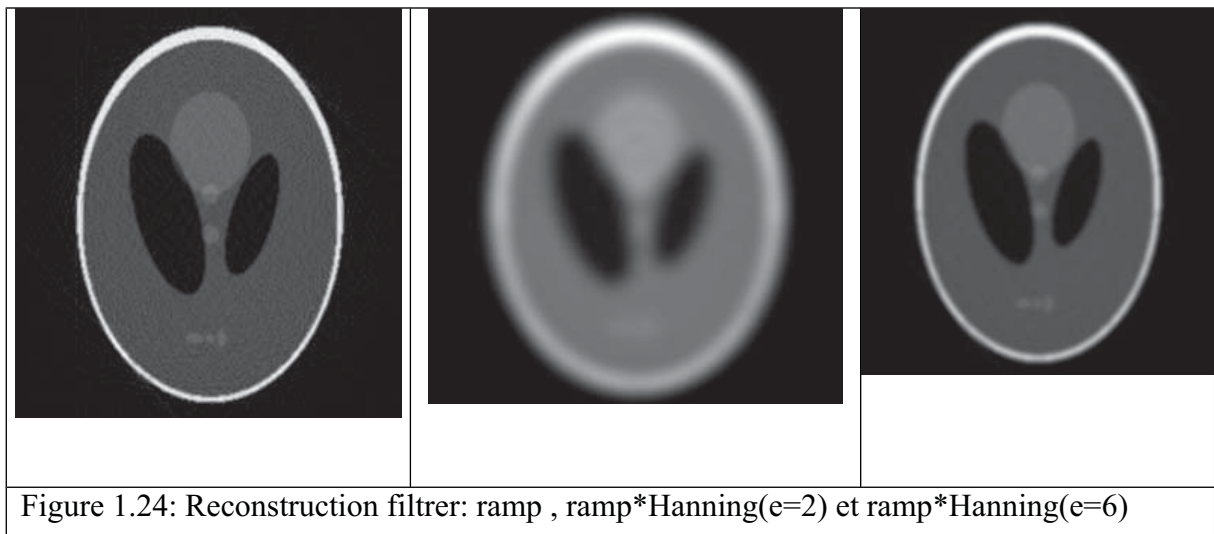


Figure 1.24: Reconstruction filtrée: ramp, ramp*Hanning(e=2) et ramp*Hanning(e=6)

La fonction tend à réduire le bruit, mais aussi à brouiller les bords des structures. Il y a donc un compromis à trouver entre le bruit et la résolution spatiale. Il existe plusieurs types de filtres additionnels classiques pour réduire l'influence du bruit : 'ramp', 'hamming', 'hanning', 'cosine', 'blackman' ou 'shepplogan'.

Cette partie a introduit le processus FBP de base dans des conditions en faisceau parallèle en 2D pour la reconstruction d'une image à partir de ses projections. Les adaptations de cet

algorithmes sont nécessaires dans la plupart des applications afin d'utiliser une géométrie divergente sur des détecteurs 2D.

1.4 Principe de la tomographie locale [23-31]

L'un des inconvénients de la technique de tomographie aux rayons X est que la dimension latérale maximale de l'échantillon à analyser D est déterminé par la résolution spatiale r souhaitée (figure 1.25). Elle est imposée par le fait que pour qu'une reconstruction tomographique soit parfaitement exacte, il faut que l'objet au cours de sa rotation reste inclus dans le champ de vue du détecteur et ceci sous les 180° ou 360° de sa rotation.

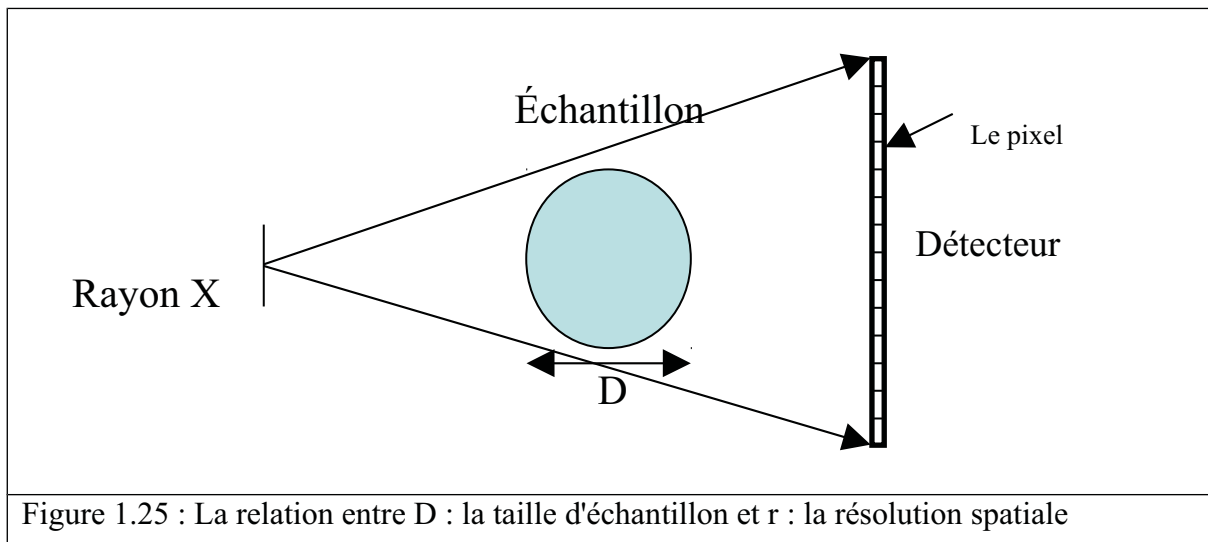
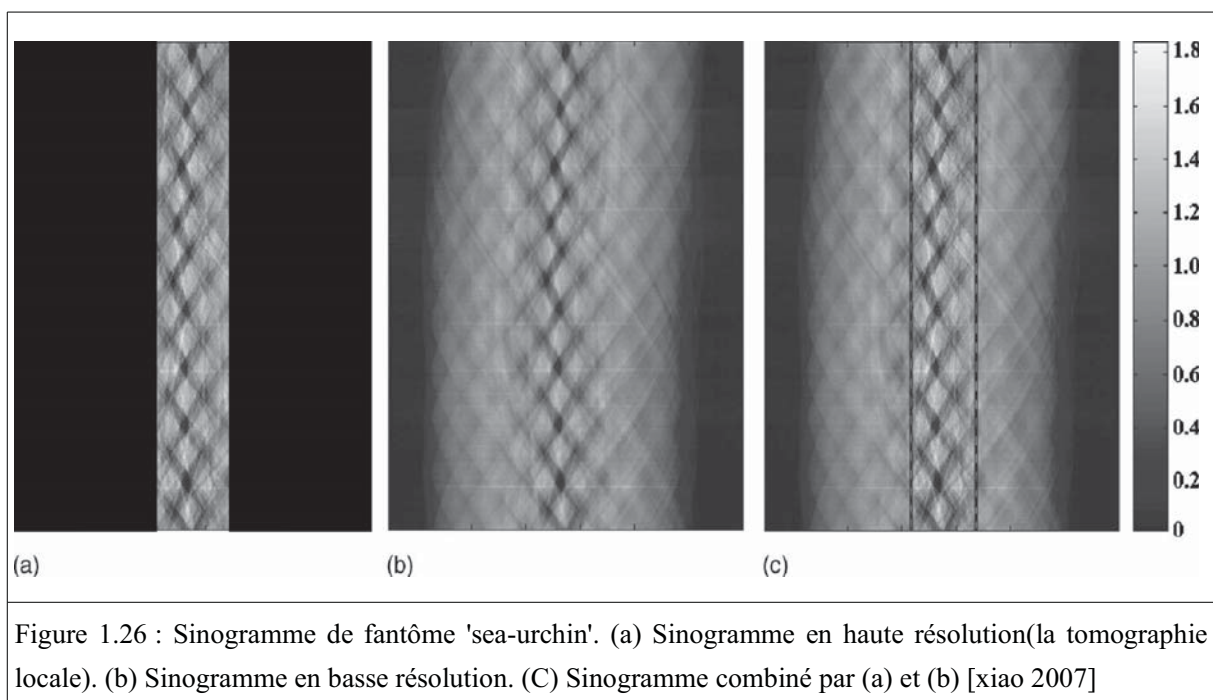


Figure 1.25 : La relation entre D : la taille d'échantillon et r : la résolution spatiale

Il peut arriver cependant que la taille de l'échantillon soit supérieure à la taille du détecteur. Ainsi il ne sera pas possible de reconstruire les zones non vues par le détecteur mais surtout celles-ci vont influencer les projections des zones vues par le détecteur. C'est la tomographie locale.

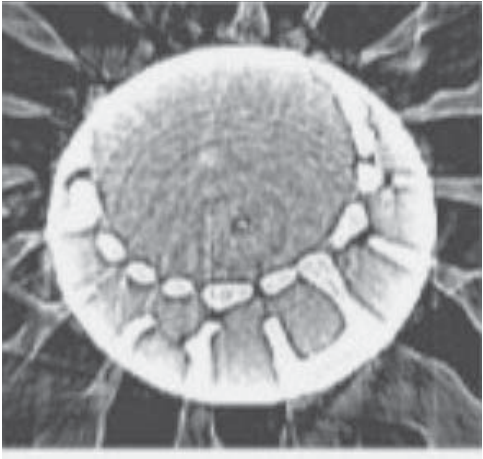
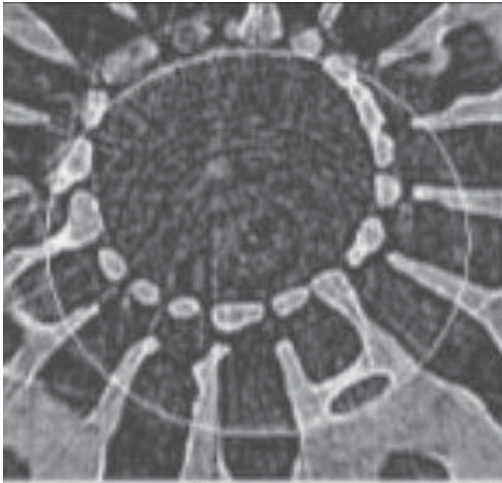
Approches existantes de correction pour la reconstruction de tomographie locale^[32-41]

Normalement, il existe certain des approches usuelles pour traiter la tomographie locale. Truncated tomographie^{[32][33]}, tomographie en ondelette ^{[34][35][36]}, lambda tomographie ^{[37][38]} et Zoom-in tomographie ^{[39][40]} sont quatre techniques principales. La technique de 'Zoom-in' est plus intéressant, elle permet d'obtenir un meilleur résultat ^[41]. Le principe de ce technique est combiné les sinogrammes à deux échelle. La figure 1.26 présente un sinogramme (a) en haute résolution(la tomographie locale), un sinogramme (b) de même coupe en basse résolution(la tomographie globale) et un sinogramme (C) qui est combiné par (a) et (b). la zone entre les deux ligne noire dans le sinogramme (C) est les données en haute résolution de sinogramme (a) et la zone dehors est les données en basse résolution de sinogramme (b).



Un comparaison entre les reconstructions à partir d'un sinogramme (a) comme la tomographie locale et d'un sinogramme (C) comme la tomographie 'Zoom-in' est étudié dans ^[39]. Les

deux reconstruction est présenté dans la figure 1.27. Dans cette thèse, nous voulons développer ce technique de 'Zoom-in' pour améliorer la reconstruction en tomographie locale.

	
<p>Figure 1.27a : Reconstruction à partir d'un sinogramme (a) en tomographie locale [xiao 2007].</p>	<p>Figure 1.27b : Reconstruction à partir d'un sinogramme (C) en 'Zoom-in' tomographie [xiao 2007].</p>

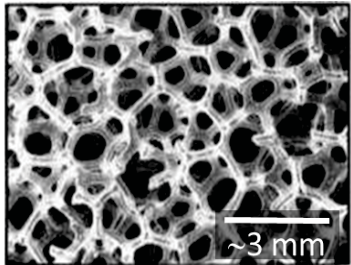
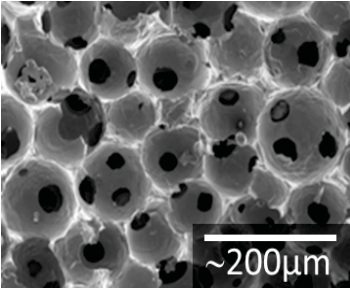
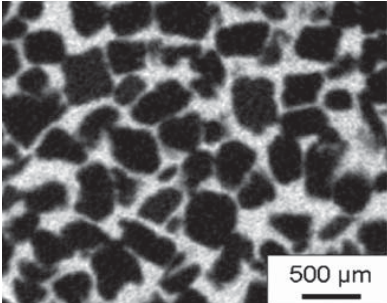
1.5 Les matériaux cellulaires^[46-68]

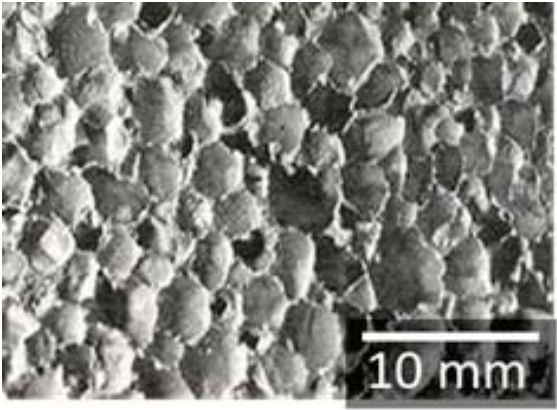
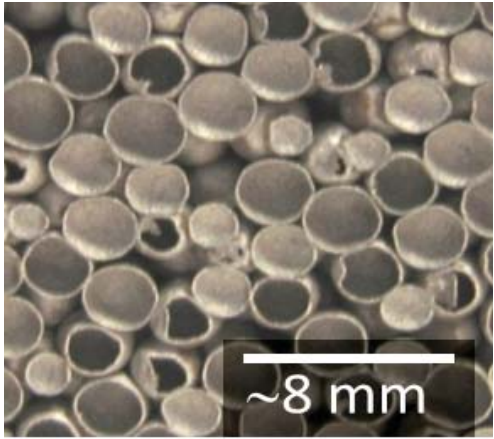
Les applications de cette thèse portent sur le comportement en traction des matériaux cellulaires. Nous présenterons rapidement les différents types de matériaux cellulaires, leur comportement en traction et l'intérêt de la tomographie multi-échelle pour mieux comprendre le comportement en traction de ces matériaux.

1.5.1 Les différents types de matériaux cellulaires

Les matériaux cellulaires et plus particulièrement les mousses métalliques existent depuis de nombreuses années : les premiers brevets remontent aux années 50-60. Une revue complète sur ces matériaux et leurs procédés d'élaboration peut être trouvée dans la thèse d'A. Marmottant [64] ou encore dans les livres de M.F. Ashby [51] ou aussi sur le site web de Dave Curran [56]. On distingue trois sortes de mousses métalliques :

- Les mousses ouvertes : la porosité est entièrement connectée et ouverte. Les figures 1.28a, 1.28b et 1.28c montrent différents types de mousses ouvertes : on voit qu'il peut y avoir dans certains cas des ouvertures plus ou moins grandes entre les cellules.
- Les mousses fermées : la porosité est fermée comme le montre la figure 1.29a, cependant parfois il existe certaines fissures dans les parois.
- Les mousses mixtes : ces mousses présentent à la fois une porosité ouverte et une porosité fermée. La figure 1.29b montre un exemple de ces mousses réalisées par empilement de sphères creuses d'acier.

		
<p>Figure 1.28a : Mousse ouverte de type ERG, DUOCEL ou INCO</p>	<p>Figure 1.28b : Mousse ouverte d'aluminium obtenue par réplique de préforme de sel (EPFL)</p>	<p>Figure 1.28c : Mousse ouverte de Ti obtenue à l'aide de porogène et frittage de poudre de Ti (Université Anadolu)</p>

	
<p>Figure 1.29a: Mousse fermée obtenue par le procédé ALULIGHT ou IFAM</p>	<p>Figure 1.29b: Mousse mixte obtenue par empilement de sphères creuses d'acier (PLANSEE)</p>

Les figures 1.30 et 1.31 montrent les caractéristiques principales des mousses à savoir la densité relative, la taille des cellules et enfin la taille des parois pour les mousses fermées (CYMAT, ALPORAS, IFAM, ALULIGHT), ouvertes (EPFL, INCO, Université d'Anadolu) et mixtes (PLANSEE). Entre parenthèse sont indiquées les densités des mousses. On constate que la densité relative des mousses varie de 0.02 à 0.3 mais que la densité des mousses dépend évidemment fortement du matériau constitutif. Ainsi pour une densité relative voisine de 0.09 une mousse ALPORAS est bien plus légère qu'une mousse PLANSEE. Il est intéressant de noter aussi que les tailles de cellules sont en général supérieure à 1mm sauf pour quelques que mousses (INCO, EPFL, Université d'Anadolu) et enfin que les tailles de parois sont inférieures au millimètre et peuvent être aussi fine que quelques dizaines de microns.

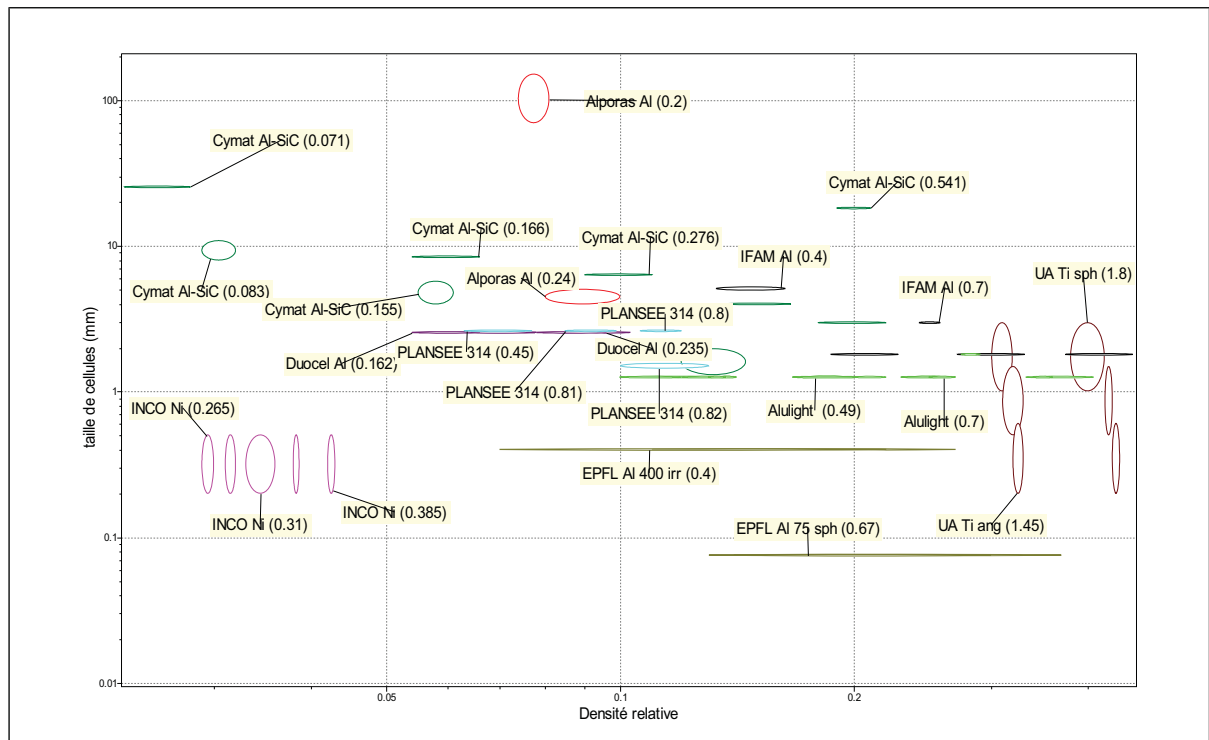


Figure 1.30 : Taille de cellules en mm en fonction de la densité relative pour différentes mousses (entre parenthèse est indiquée la densité réelle)

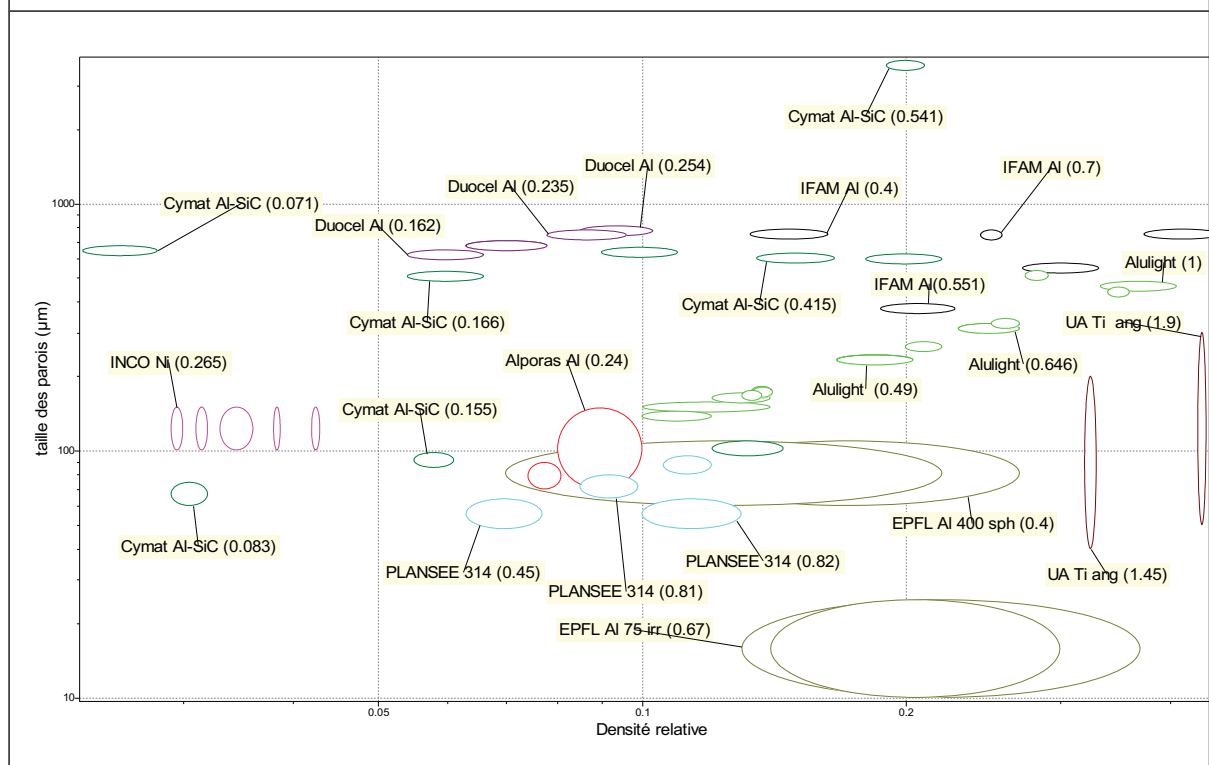
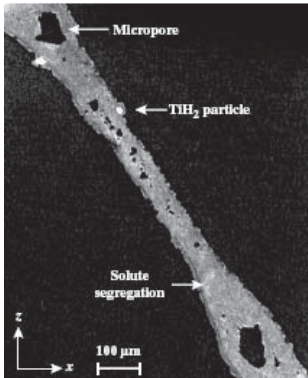
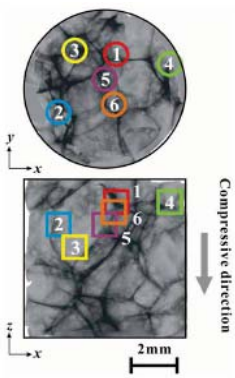
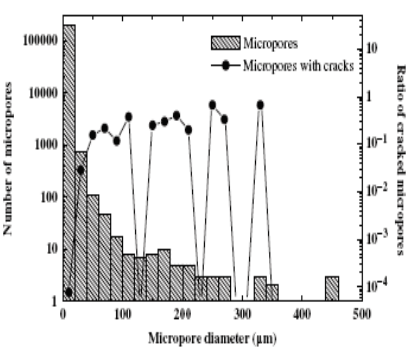


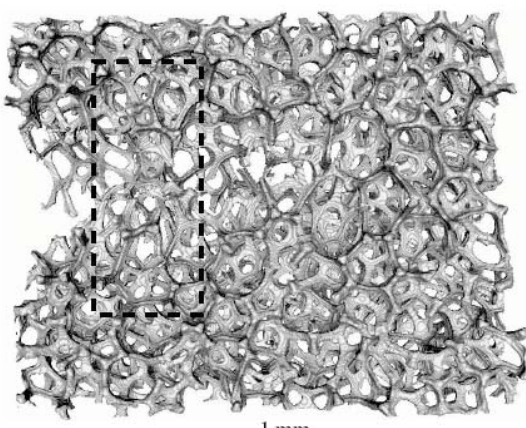
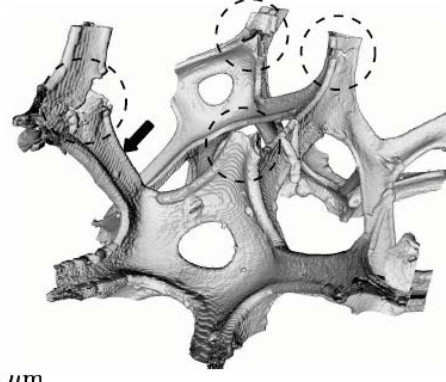
Figure 1.31 : Taille des parois en μm en fonction de la densité relative pour différentes mousses (entre parenthèse est indiquée la densité réelle)

1.5.2 Le comportement mécanique en traction

Le comportement mécanique des mousses a beaucoup été étudié en compression et les différents modes d'endommagement ont été clairement identifiés par tomographie in situ que ce soit pour les mousses ouvertes, fermées ou mixtes [54][57][65]. Il a aussi été montré l'influence de la densité locale sur le comportement général de la mousse [57], l'influence de défauts des parois pour les mousses obtenues par bullage [54][55][67]. Des observations in situ par tomographie aux rayons X locale ont permis de montrer l'importance de quantifier la microstructures des parois d'une mousse fermée d'aluminium (type ALPORAS) pour bien comprendre le comportement en compression [66]. Ainsi la figure 1.32a montre la « microstructure » d'une paroi où l'on distingue clairement des micropores mais aussi des particules de TiH_2 issues du procédé d'élaboration. Ils ont sélectionné 6 régions d'intérêts au cours de la compression in situ comme le montre la figure 1.32b. Ainsi ils ont montré que des micro fissures apparaissent près de micropores présents dans les parois de la mousse mais aussi au niveau des parois fines plus qu'au niveau des plateaux border (figure 1.32c).

		
<p>Figure 1.32a : Défauts dans une mousse de type ALPORAS [66]</p>	<p>Figure 1.32b : Tomographie locale lors de la compression d'une mousse de type ALPORAS [66]</p>	<p>Figure 1.32c : Présence de micro-fissures au niveau des micro-porosités [66]</p>

En traction les études sont moins nombreuses et mentionnent l'impact de la microstructure des parois sur le comportement en traction [52][53][60][67] que ce soit sur des mousses ouvertes ou des mousses fermées. Marchi et al ont développé un petit modèle qui permet de prévoir l'allongement à rupture en fonction du comportement du matériau constitutif pour les mousses élaborées par réplique d'une préforme de sel et de la décroissance du module d'Young de la mousse lié à l'endommagement. Sur des empilements de sphère creuses, Lhuissier et al, ont montré que le module d'Young de la mousse chute dès les premiers instants de la traction et relie ce phénomène à un endommagement local dans les parois des sphères creuses [61][62]. Des analyses du comportement en traction par microtomographie in situ aux rayons X ont été menées à l'échelle des cellules sur des mousses ouvertes de Ni [58]. La rupture s'initie principalement à la périphérie de l'éprouvette comme le montre la figure 1.33a et les ruptures sont principalement observées au niveau des nœuds (figure 1.33b).

	
<p>Figure 1.33a : Rendu 3D de tomographie après la traction in situ d'une mousse de Ni [Dillard]</p>	<p>Figure 1.33b : Rendu 3D de tomographie sur la localisation de la rupture au niveau des nœuds lors d'une traction in situ d'une mousse de Ni [Dillard]</p>

1.5.3 Tomographie multi-échelle et matériaux

cellulaires

Une des particularités des mousses est de présenter deux échelles pertinentes : celle de la taille des cellules en général supérieure au millimètre et celle de la taille des parois bien inférieure au millimètre [46-68]. Dans le cas des mousses élaborées par frittage de poudre l'échelle des parois pertinente sera de quelques dizaines de microns pour visualiser les poudres et les contacts ou pores qu'elles forment. Il est donc très difficile avec une seule tomographie d'arriver à capturer tous les détails de la structure d'une mousse. De nombreuses études ont été menées sur la caractérisation structurale des mousses la plupart du temps à l'échelle des cellules mais relativement peu à l'échelle des parois en tomographie locale [66]. Pour fixer les idées le champ de vue est quelques milles de fois la résolution de la tomographie. Ainsi pour des cellules de l'ordre de 2 mm si 'l'on veut « voir » suffisamment de cellules, typiquement 10 dans chaque direction, la résolution maximale que l'on pourra utiliser est 10 μ m. On voit bien que cette résolution ne permettra pas de bien décrire la microstructure des parois. Il est donc nécessaire de travailler en tomographie locale pour « voir » les détails de la microstructure des parois mais dans ce cas on perd la vision globale de l'échantillon. En effet si on prend une résolution de 2 μ m on ne verra que deux cellules de la mousse. Il est donc nécessaire si l'on veut pourvoir relier le comportement mécanique de la mousse à la microstructure des parois de faire de la tomographie multi-échelle in situ.

1.6 Bilan et objectifs de la thèse

La tomographie aux rayons X est une technique puissante qui permet d'imager en 3D les matériaux et depuis une quinzaine d'années elle est très utilisée pour la caractérisation post mortem mais aussi in situ. Cependant selon les matériaux et notamment dans le cas des matériaux cellulaires nous avons vu qu'il est nécessaire de faire de la tomographie multi-échelle pour bien caractériser l'ensemble de la mousse mais aussi la microstructure des parois qui gèrent le comportement mécanique. La tomographie multi-échelle nécessite de faire de la tomographie locale, lorsque l'on est à haute résolution, ce qui peut altérer l'image que l'on va reconstruire. Les objectifs de cette thèse sont les suivants :

- Proposer une méthode de correction des images prises en tomographie locale à haute résolution en utilisant des images à basse résolution.
- Utiliser la tomographie multi-résolution pour mieux comprendre le comportement en traction de matériaux cellulaires.

Chapitre 2 : Matériaux – Expérience

Chapitre 2 : Matériaux – Expérience

Nous avons utilisé différents types de matériaux cellulaire cellulaires dans cette thèse selon que l'on souhaitait s'intéresser à l'imagerie en tomographie locale ou à l'apport de la tomographie locale sur l'étude du comportement mécanique. En ce qui concerne l'imagerie en tomographie locale nous avons opté pour les mousses métalliques de Titane. En ce qui concerne l'apport de la tomographie locale sur le comportement mécanique des matériaux nous avons privilégié les mousses d'aluminium ERG et les empilements de sphères creuses d'acier.

2.1 Matériaux cellulaires

2.1.1 Mousse Ti [69-77]

Les mousses de titane (Ti) et ses alliages sont des types de matériaux métalliques sous forme cellulaire, qui ont été étudiés pour une utilisation sous forme d'implants [69-74]. La structure des pores des matériaux des implants est nécessaire pour être adaptée selon le type de l'os substitué, l'âge et l'activité quotidienne du patient [75]. Par conséquent, il est important de produire et de caractériser entièrement les mousses avec une architecture adaptée. La mousse de Ti peut être facilement imagée par tomographie. Sa structure en 3D peut être reconstruite directement.

Les mousses de Ti avec différentes porosités ont été produites par une technique de type 'space holder' [76][77] alliée à la métallurgie des poudres. L'échantillon observé a été fabriqué par Nihan Tuncer de l'université d'Anadolu en Turquie. La taille de particule moyenne des poudres de Ti avant consolidation est de 27,5 μm . Les poudres de Ti avec une forme irrégulière sont préférées pour augmenter la résistance de la préforme avant frittage sans utiliser un liant. Les poudres de carbamide, utilisé comme matériau porogène, ont été tamisées pour avoir des tailles moyennes de 120, 400, 600 et 1750 μm et les poudres de Ti ont été mélangés à sec pendant 1/2 h. Les particules de carbamide avec une poudre moyenne d'une

taille de 1750 μm ont une morphologie sphérique, tandis que les autres ont une morphologie angulaire. Les mélanges, préparés dans des proportions différentes, ont été pressés à $p < 100$ MPa uniaxialement dans une matrice en acier pour faciliter la manipulation. Les préformes sont ensuite consolidées par pressage à froid isostatique à 300 MPa afin de parvenir à une répartition de la pression homogène dans tout le corps et pour éviter l'effondrement du matériaux pendant la phase d'enlèvement du porogène. Après cet enlèvement, le squelette est fritté dans un four tubulaire à 1200°C pendant 2h sous argon. Les microstructures des mousses ont été analysés par microscope électronique à balayage sur la figure 2.2.

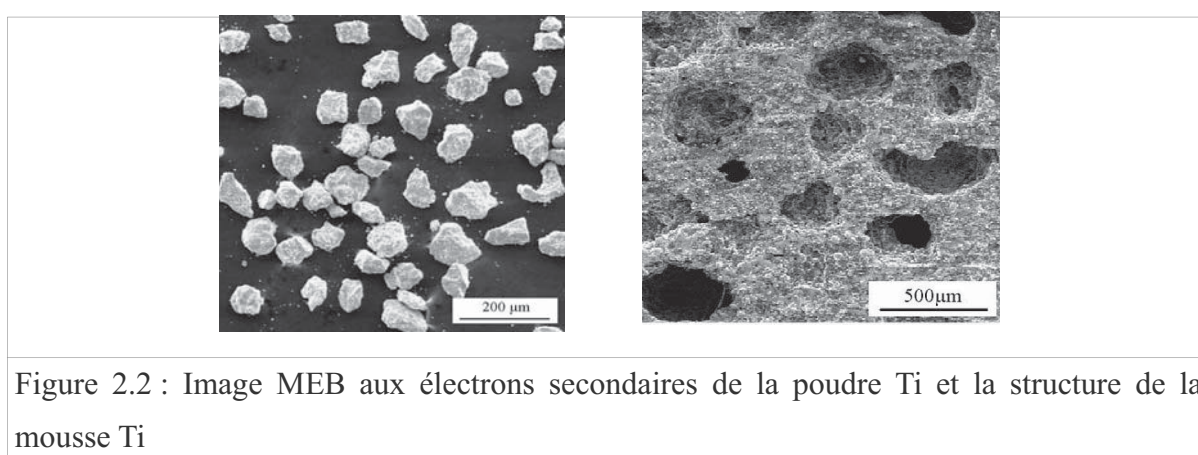


Figure 2.2 : Image MEB aux électrons secondaires de la poudre Ti et la structure de la mousse Ti

2.1.2 Mousse ERG [78]

La mousse d'aluminium est une mousse de type ERG de Duocel Aluminium (<http://www.ergaerospace.com/index.html>) fournie par Patrick Onck, de l'université de Groningen aux Pays Bas. La densité relative des échantillons est de 4% dans cette thèse. Les échantillons ont subi un traitement thermique : maintien de 3h à 412°C, suivi d'un refroidissement lent jusqu'à 260°C et maintien à cette température pendant 0,5h, suivi d'un refroidissement lent à la température ambiante. La figure 2.3 présente une photo de MEB qui monte la structure de la mousse.

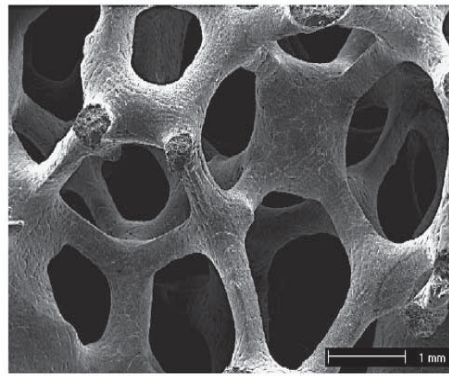


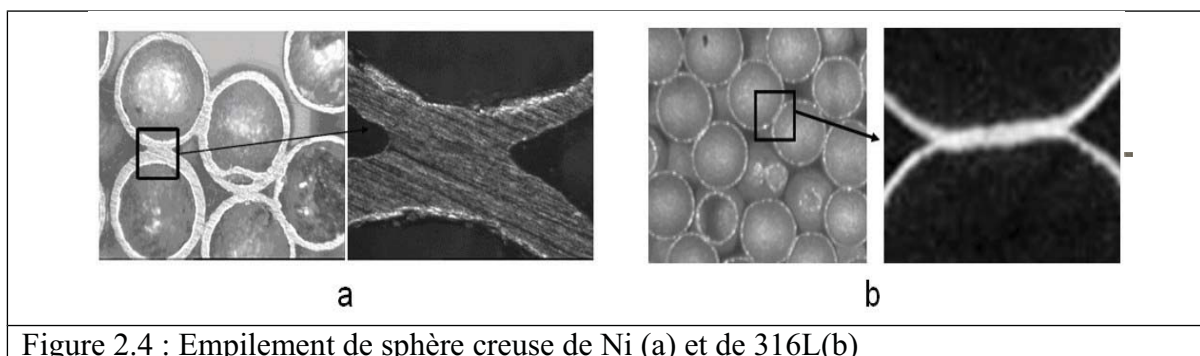
Figure 2.3 : Image MEB de la structure de la mousse ERG [78]

2.1.3 Les empilements de sphères creuses

Les empilements des sphères creuses métalliques (figure 2.4) constituent une autre classe de matériaux cellulaires. Ils sont élaborés par métallurgie des poudres. Les sphères sont empilées et compactées par procédé mécanique. Il existe à ce jour deux méthodes d'élaboration de ces mousses qui partent toutes les deux de mandrin sphérique en polystyrène :

a) La première, développée par ATECA et l'ONERA, consiste à déposer électrochimiquement du Ni pur sur les mandrins en polystyrène qui sont éliminés par traitement thermique. Les sphères sont ensuite assemblées et brasées avec du Ni-B ou simplement frittées pour obtenir un assemblage de sphères creuses[78]. La particularité de l'assemblage conduit à des cols arrondis entre les sphères (voir figure 3a).

b) La deuxième développée conjointement entre l'IFAM et la société PLANSEE consiste à déposer des particules fines d'acier 316L sur les mandrins, à compacter les sphères entre elles et à fritter le tout pour donner une cohésion aux particules et éliminer le mandrin [79,80]. Les cols obtenus entre les particules sont alors plutôt plats (voir figure 3b). Le polystyrène se désagrège lors de l'étape de frittage.



Les deux familles présentent plusieurs avantages [81]:

- a) Les procédés d'élaboration conduisent à des mousses très homogènes et reproductibles.
- b) Les matériaux obtenus présentent une double porosité (porosité ouverte entre les sphères et fermées à l'intérieur des sphères) qui permet de les utiliser dans des applications multifonctionnelles (notamment pour l'absorption du son).
- c) Ils sont réalisés à partir de matériaux constitutifs qui peuvent être utilisés à haute température.

2.2 Expériences

Dans cette thèse, la technique de tomographie aux rayons X a été utilisée pour étudier tous les matériaux cités ci dessus.

2.2.1 Tomographie locale synchrotron statique

A l'ESRF, le faisceau de rayons X est obtenu en accélérant des électrons dans l'anneau synchrotron. La distance entre la source et l'échantillon est d'environ 150 mètres (sur ID19). Le faisceau est un faisceau parallèle et l'énergie est comprise entre quelques keV et 100 keV. Le faisceau est assez large (12 mm x 40 mm) pour accepter toute géométrie d'éprouvette. La caméra CCD 2048*2048 pixels est utilisée pour détecter les rayons X. La taille de pixel de la caméra est de 14 μ m et elle est couplée à un système optique qui permet d'obtenir des tailles de pixel effectives plus petites. Le tableau résume les différents objectifs disponibles sur ID19 :

Grandissement objectif	2 X	4 X	10 X	20 X
Taille de pixel (μm)	2,80	1,40	0,56	0,28

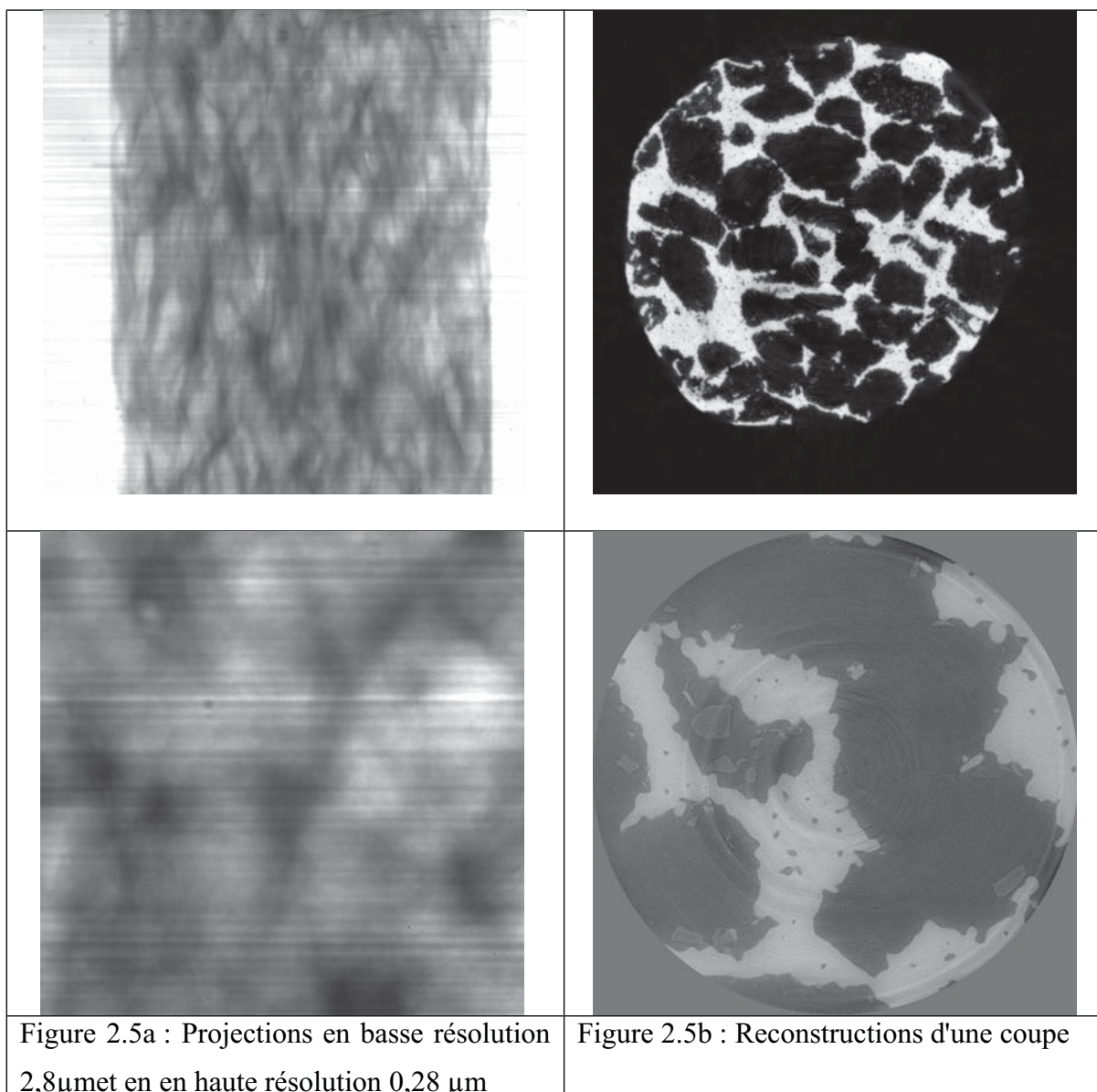
Tableau 2.1 : Grandissements disponibles sur ID19 et taille de pixel associé

Dans cette thèse, nous avons effectué une expérience à différentes résolutions. Pour réaliser cette expérience dans le cas du faisceau parallèle des rayons X à l'ESRF, les objectifs 2X, 4X, 10X et 20X ont été utilisés. Pour obtenir une reconstruction dans de bonnes conditions, le nombre des projections a été fixé à 2000. Le temps d'acquisition de chaque scan est d'environ 60 min.

Ces 4 scans en différente résolution contiennent :

- a) un scan de tomo globale en basse résolution de $2,8\mu\text{m}$ avec l'objectif 2X.
- b) un scan de tomo locale en haute résolution de $1,4\mu\text{m}$ avec l'objectif 4X.
- c) un scan de tomo locale en haute résolution de $0,56\mu\text{m}$ avec l'objectif 10X.
- d) un scan de tomo locale en haute résolution de $0,28\mu\text{m}$ avec l'objectif 20X.

A partir des données de ces 4 scans, nous pourrions développer une méthode de correction en multirésolution. La figure 2.5 montre des projections à gauche et des reconstructions utilisant la rétroprojection filtrée à droite en basse résolution $2,8\mu\text{m}$ (2X en haut) et haute résolution $0,28\mu\text{m}$ (20X en bas) sur la mousse Ti.



2.2.2 Tomographie locale en laboratoire

Au laboratoire MATEIS de l'INSA de Lyon, le faisceau de Rayons X du tomographe est conique. L'énergie est comprise entre 10 keV et 160 keV. La taille du détecteur est de 1920*1536 pixels. La résolution dépend de la taille de l'échantillon. Dans cette thèse, la plus haute résolution est de 1,5 μ m.

a) Tomographie locale de laboratoire statique

La figure 2.6 montre le dispositif de la tomographie au laboratoire et le détail du système. Un échantillon peut être simplement installé dans la machine. Pour changer la résolution de scan, cet échantillon est déplacé (approché ou éloigné) de la source des rayons X.



Figure 2.6a : Dispositif de tomographie du laboratoire (phoenix-xray)



Figure 2.6b : Détail du système : une source, un détecteur, une platine de rotation.

Pour reproduire des conditions expérimentales proches de celles utilisées à l'ESRF, nous avons scanné 3 fois chaque échantillon :

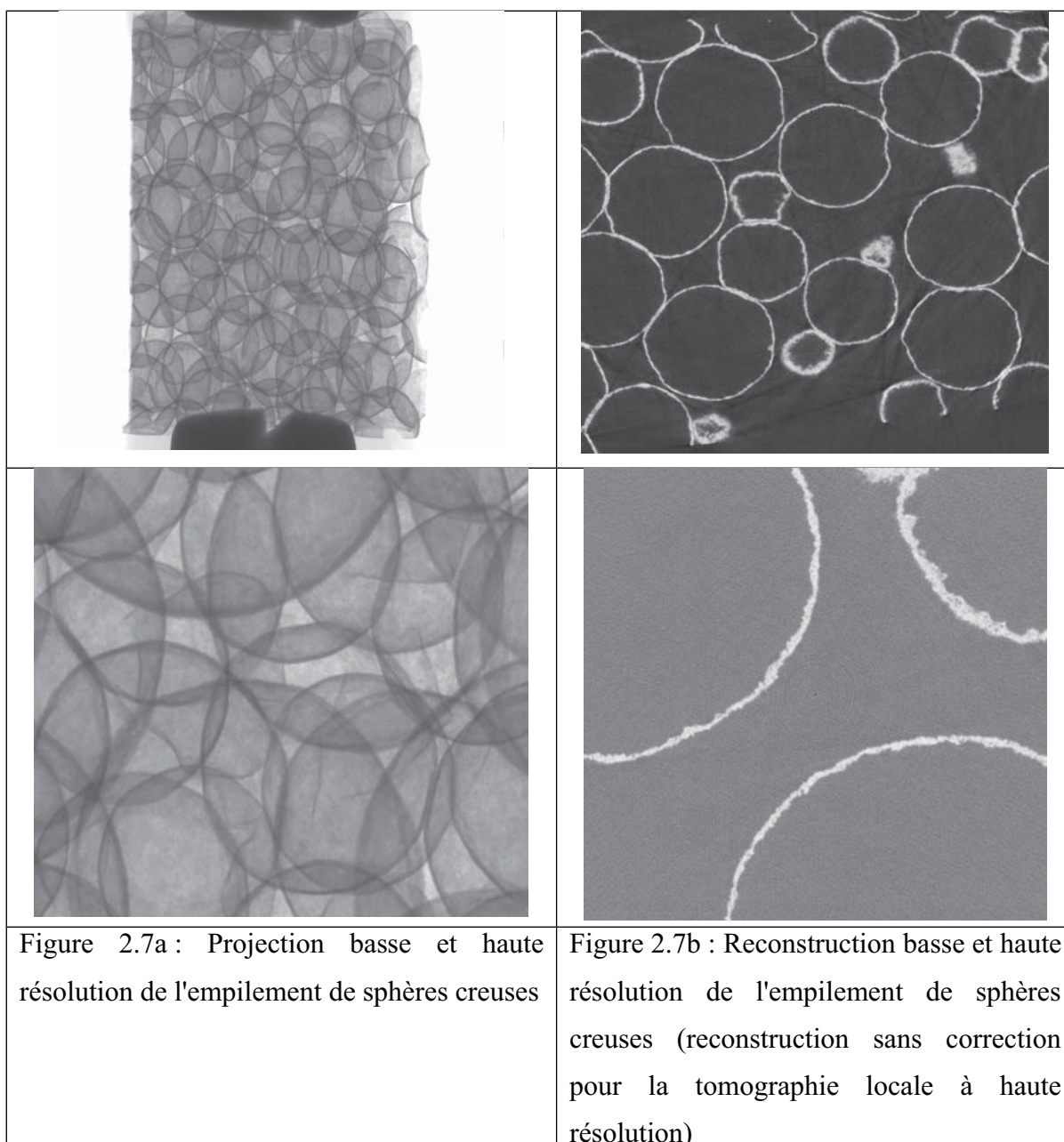
- a) un scan de tomo globale en basse résolution de 12 μ m qui définit notre condition de rapport 1.
- b) un scan de tomo locale en haute résolution de 6 μ m avec un rapport 2
- c) un scan de tomo locale en haute résolution de 3 μ m avec un rapport 4.

Les conditions de scan sont résumées dans le tableau ci dessous :

Rapport	1	2	4
Résolution	12 μm	6 μm	3 μm
Etats	Tomo globale	Tomo locale	Tomo locale



Tableau 2.2 : Conditions d'acquisition pour les scans réalisés en tomographie de laboratoire.

Nous avons scanné la mousse Ti, la mousse ERG et l'empilement de sphères creuses. Par exemple, la figure 2.7 montre des projections et des reconstructions sur l'empilement de sphères creuses.



b) Tomographie locale de laboratoire dynamique

Dans cette partie, la tomographie de laboratoire est utilisée pour scanner les échantillons de la mousse ERG et de l'empilement de sphère creuse lors d'essais mécaniques afin d'étudier l'endommagement de ces matériaux en multirésolution. Le dispositif de l'essai de traction in situ est présenté sur la figure 2.8.

	
<p>Figure 2.8a : Le dispositif en place sur la platine de rotation du tomographe</p>	<p>Figure 2.8b : Le détail du dispositif : un moteur, un tube, un capteur de force et deux pistons connecté échantillon.</p>

La figure 2.8b montre un détail du dispositif. Il comprend un tube, un capteur, un moteur avec un support, deux mors connectés au capteur de force et au moteur. L'échantillon peut subir une traction étape par étape dans ce dispositif. Il est scanné à chaque étape de chargement, le déplacement étant maintenu constant pendant l'acquisition. Le capteur de force permet d'enregistrer des efforts jusqu'à 5 kN, ce qui est largement suffisant pour nos matériaux. L'enregistrement de la force et du déplacement au cours de la traction permet d'obtenir une courbe force-déplacement et de la relier par la suite aux évolutions structurales observées. La figure 2.9 montre une courbe typique obtenue lors d'un essai de traction sur une mousse d'Al et indique les différents endroits où les scans ont été réalisés.

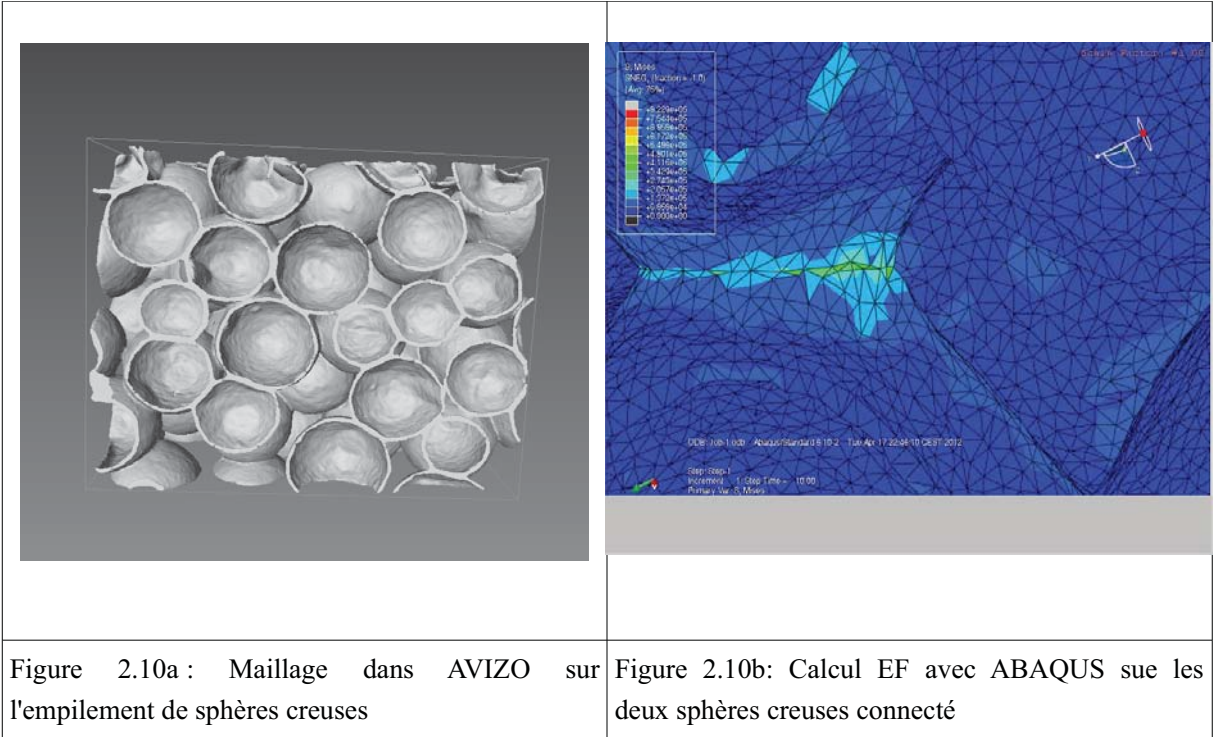


Figure 2.9 : Courbe de traction enregistrée pendant l'essai de traction *in situ* sur la mousse ERG, les points représentent les scans tomographiques

2.3 Images 3D et simulation du comportement mécanique [82-84]

La méthode des éléments finis sera utilisée dans cette thèse pour analyser les observations réalisées pendant les essais de traction *in situ*. Il est possible en effet d'utiliser cette méthode à partir d'un maillage reproduisant fidèlement la microstructure observée.

Pour réaliser cette partie de l'étude, nous utiliserons une méthode développée dans la thèse de Souhail Youssef [84] et utilisée depuis plusieurs fois dans le domaine de la science des matériaux. Cette méthode est connue sous le nom de « calcul de microstructure ». L'image 3D de la structure est d'abord obtenue par tomographie aux rayons X. Ensuite, elle est traitée par le logiciel AVIZO qui permet de mailler cette microstructure (figure2.10a). Enfin, le maillage est transféré dans le logiciel ABAQUS qui permet de solliciter virtuellement l'échantillon (figure2.10b).



Pour réaliser l’analyse sous ABAQUS, les propriétés de la phase solide sont les données principales. Nous avons supposé pour des raisons de simplicité un comportement élastique de cette phase, l'objectif étant de visualiser surtout les zones les plus chargées Les propriétés d'élasticité utilisées sont présentées dans le tableau 2.3 :

	Loi de comportement	Modèle	Paramètres
Mousse ERG	Elastique	Isotrope	$E=70\text{GPa}$ $\nu=0,33$
Sphères creuses	Elastique	Isotrope	$E=207\text{GPa}$ $\nu=0,33$

Tableau 2.3 : Propriétés d'élasticité utilisées pour le calcul de microstructure

E : module d'Young, ν : Coefficient de Poisson.

Chapitre 3 : Reconstruction en tomographie locale

Chapitre 3 Reconstruction en tomographie locale

3.1 Principe général et méthodes de comparaison

L'acquisition des projections lors d'une expérience de tomographie permet par la suite d'utiliser ces projections pour reconstruire un volume 3D. Nous avons vu que cette étape est importante. Dans ce chapitre, nous nous intéressons à la situation où l'échantillon est de dimension supérieure au champ de vue du détecteur et l'acquisition est donc effectuée en mode dit de 'tomographie locale'. Nous comparerons les résultats des algorithmes de reconstruction et plus particulièrement entre les méthodes classiques (tomo globale et tomo locale) et la méthode de correction en tomographie locale que nous proposons d'utiliser.

3.1.1 Reconstruction classique en faisceau parallèle

3.1.1.1 Introduction

La reconstruction s'appuie sur la notion de sinogramme. Un sinogramme représente les niveaux de gris sur une ligne du détecteur 2D en fonction de l'angle auquel la projection a été prise. A partir de ce sinogramme, il est possible de reconstruire entièrement la coupe 2D du matériau. En faisceau parallèle la reconstruction 3D repose alors sur la reconstruction successive des différentes coupe 2D. En faisceau conique, l'opération est un peu plus complexe car les informations qui arrivent sur une ligne 2D du détecteur proviennent aussi des coupes adjacentes.

En tomographie locale, la difficulté vient du fait que le sinogramme obtenu n'est que partiel. Le sinogramme obtenu en tomographie locale est le même que le sinogramme obtenu en tomographie globale amputé des zones non vues par le détecteur.

3.1.1.2 Logiciels de reconstruction utilisés dans cette thèse

Nous le verrons plus loin, notre méthode de correction pour améliorer la reconstruction en tomographie locale est une méthode de correction des sinogrammes d'entrée. En conséquence, elle ne modifie en rien l'étape de reconstruction, qui peut être menée avec n'importe quel logiciel existant. Pour réaliser la reconstruction dans ce chapitre, nous avons utilisé différents types de logiciels de reconstruction en faisceau parallèle :

1). le Plugin 'Radon Transform' sous ImageJ.

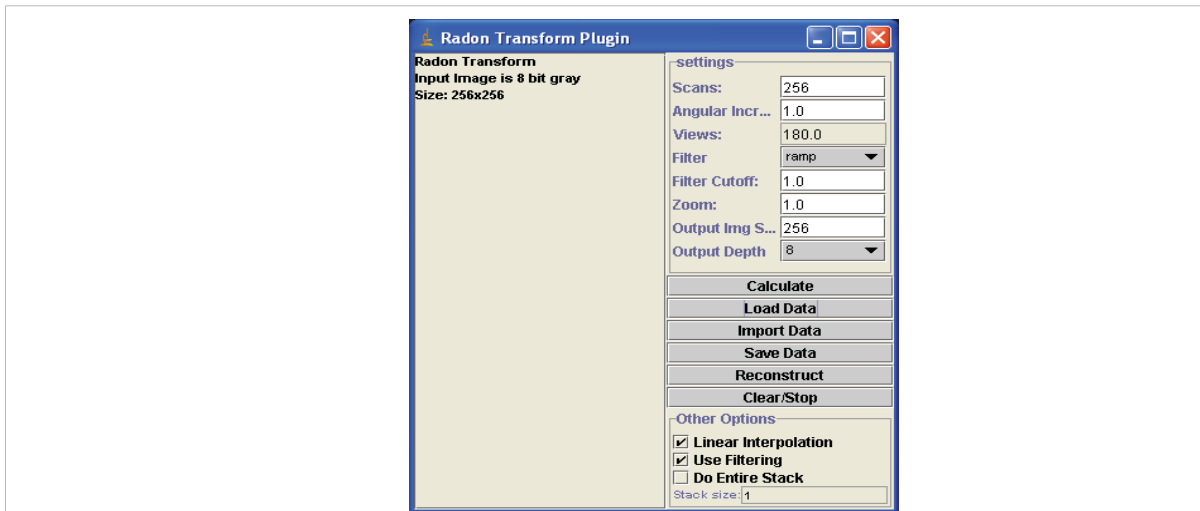


Figure 3.1: Fenêtre du plugin Radon Transform

Ce plugin présente une fenêtre GUI qui est très pratique et simple pour les opérations (figure 3.1) . Nous pouvons directement donner les paramètres nécessaires à la reconstruction: Nombre de vues, Angle entre chaque vues, Type de filtre, etc. Ce logiciel peut être utilisé dans les deux sens :

- Reconstruire une coupe 2D à partir d'un sinogramme
- Créer le sinogramme à partir d'une coupe 2D, par exemple pour une image test fantôme.

2). les programmes 'Radon' et 'iradon' sous Matlab

Sous Matlab, il existe deux codes pour réaliser la reconstruction d'une coupe à partir d'un sinogramme ('Inverse Radon Transform' : iradon.m) et la création d'un sinogramme à partir d'un image test ('Radon Transform' : radon.m).

3). les programmes 'PyHST' et 'BackPyHST' de l'ESRF

Deux programmes existent à l'ESRF : 'PyHST' et 'BackPyHST'. Le premier permet de reconstruire une coupe 2D à partir d'un sinogramme ou des projections, le deuxième permet

de créer un sinogramme à partir d'une image test. L'avantage de ces routines est qu'elles sont bien plus rapides que les deux précédentes sous ImageJ ou Matlab, ce qui permet de réduire le temps de la reconstruction.

Dans cette thèse, les 3 logiciels sont utilisés pour la reconstruction, ce qui nous permettra de faire des comparaisons.

3.1.2 Outils de comparaison

3.1.2.1 Introduction

Pour illustrer les différences entre deux images, par exemple dans notre cas pour quantifier la différence entre une reconstruction *avec ou sans* correction, il faut disposer d'outils objectifs de comparaison. Nous avons choisi de comparer les histogrammes en niveau de gris, ce qui permet de voir si les niveaux de gris sont globalement identiques et aussi l'écart quadratique moyen (EQM) qui donne une valeur globale à la ressemblance entre deux images. La mesure de l'EQM est très proche de ce qui peut se faire en corrélation d'image.


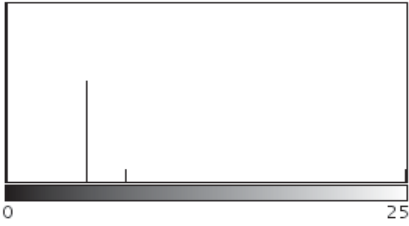

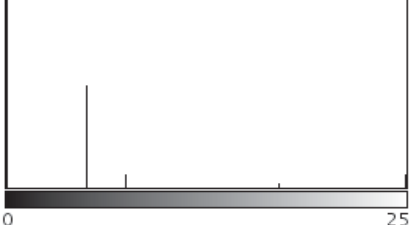
3.1.2.2 Histogramme

L'histogramme est un outil d'exploration des données d'image, représentant la distribution des niveaux de gris. La figure 3.6.a montre une image et la figure 3.6.b montre son histogramme qui affiche la distribution des valeurs en classes.

Pour trouver des différences entre deux images (figure 3.6.a et figure 3.6.c), nous pouvons faire une comparaison entre les deux histogrammes (figure 3.6.b et figure 3.6.d), nous pouvons ainsi observer des différences sur :

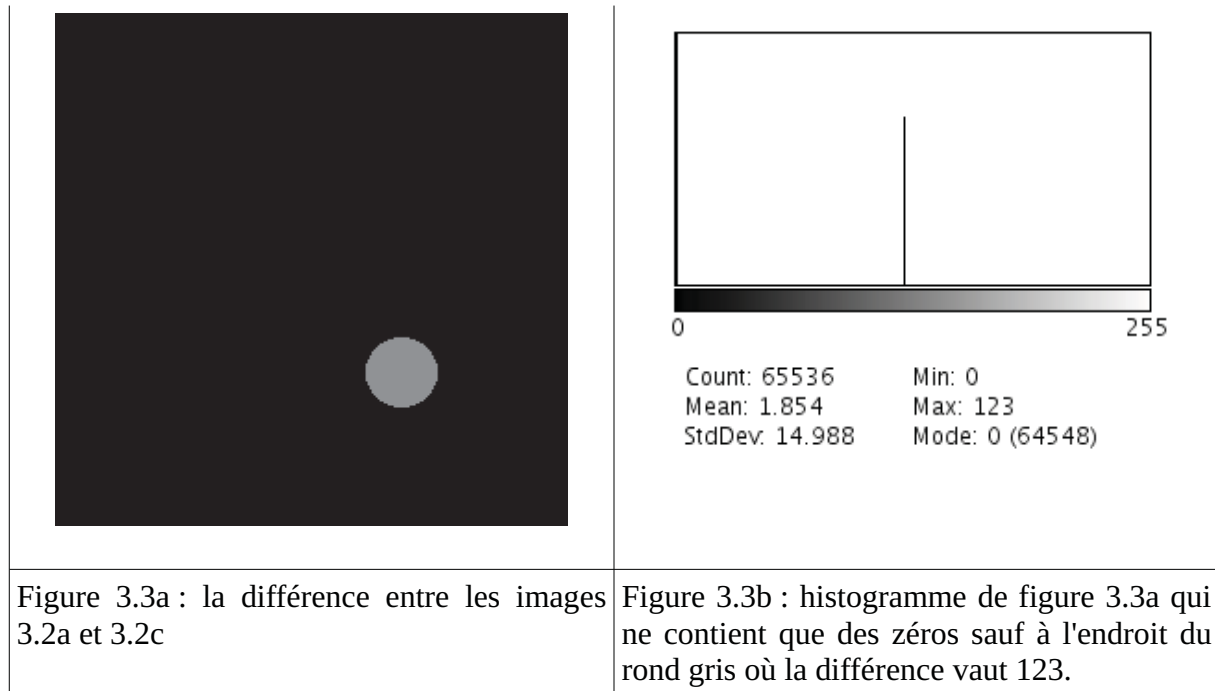
- 1) la valeur moyenne des niveaux de gris.
- 2) les valeurs des niveaux de gris des pics principaux.

Les Figures 3.6a et 3.6b montrent 2 images légèrement différentes et on observe bien ces différences sur les histogrammes : ainsi le rond gris clair donne un pic supplémentaire sur l'histogramme.

	 <p>Count: 65536 Min: 0 Mean: 31.277 Max: 255 StdDev: 54.420 Mode: 0 (38127)</p>
	 <p>Count: 65536 Min: 0 Mean: 33.131 Max: 255 StdDev: 57.091 Mode: 0 (38127)</p>
<p>Figure 3.2.a : Exemple de donnée d'image</p>	<p>Figure 3.2.b : Histogramme</p>
<p>Figure 3.2.c : Exemple de donnée d'image</p>	<p>Figure 3.2.d : Histogramme</p>

3.1.2.3 Images de différences

La différence entre deux images peut être calculée sous la forme d'une troisième image. Cette image montre les valeurs de la différence chaque pixels des deux image à comparer. La figure 3.3a montre une image de la différence entre l'image 3.2a et l'image 3.2b. On peut trouver le défaut rond gris qui est présenté dans cet figure, la figure 3.3b montre un histogramme qui a un pic dans le position de niveau de gris égal à 123 qui indique le défaut rond gris.

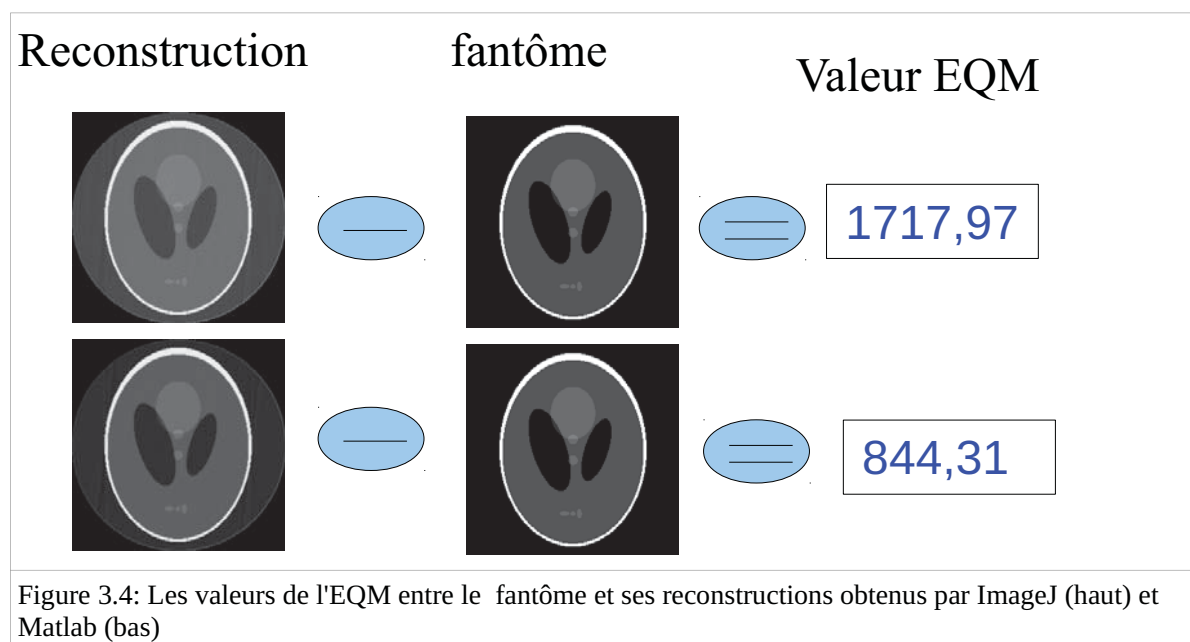


3.1.2.4 EQM

L'EQM est l'abréviation de 'Erreur Quadratique Moyenne' : il est très utile pour comparer les deux images. Il est défini pour deux image I_o et I_r de taille $m*n$ comme :

$$EQM = \frac{1}{mn} \sum_{i=0}^{m-1} \sum_{j=0}^{n-1} ||I_o(i,j) - I_r(i,j)||^2$$

L'EQM est un scalaire de valeur supérieure à 0. Si l'EQM est grand, les 2 images sont très différentes. Quand l'EQM est nul, les 2 images sont identiques.



La figure 3.4 montre les deux valeurs de l'EQM pour deux reconstructions du fantôme de Shepp-Logan. Il est difficile à l'œil de voir des différences alors que l'EQM est relativement différent indiquant ici une meilleure reconstruction dans le cas du fantôme en bas calculé avec matlab.

3.2 Présentation de la méthode de correction (en faisceau parallèle)

Il s'agit ici de décrire la méthode que nous avons implémenté pour corriger un sinogramme enregistré à haute résolution mais dans des conditions de tomographie locale en utilisant l'information résultante d'une acquisition à moins bonne résolution mais réalisée, celle-ci, en condition de tomographie globale.

Dans le chapitre 1, nous avons montré qu'il existe une méthode simple permettant d'implémenter ce type de reconstruction à partir de différences de sinogrammes. Il s'agit de la méthode proposée par S. Azevedo 1995 [40]. Nous allons dans cette partie décrire comment nous avons implémenté cette méthode de correction.

Ceci suppose donc que nous disposions de deux jeux d'acquisition. Dans ces deux jeux d'acquisition, l'objet doit être centré et dans la même position angulaire de départ. Ceci est relativement aisé à obtenir expérimentalement, il suffit de réaliser deux acquisitions simultanée de la même zone d'un objet avec deux grossissements différents. Dans une géométrie conique, ceci s'obtient en changeant la distance entre l'échantillon et le détecteur entre les deux acquisitions. En faisceau parallèle, il faut changer l'optique de grossissement. Ceci a déjà été expliqué dans le chapitre 2 et sera re-détaillé dans un paragraphe ultérieur de ce chapitre, portant sur l'application de nos corrections à des acquisitions réelles.

Un tel jeu de deux acquisitions peut aussi tout à fait être généré numériquement, méthode dite 'de simulation' que nous avons utilisé dans un premier temps pour mieux contrôler les paramètres de la reconstruction. Dans le cas de ces études par simulation, nous avons travaillé sur une seule coupe pour plus de simplicité. Notre méthode, illustrée ci dessous avec le fantôme de Shepp Logan et dans le cas de la simulation, peut être décrite de la manière suivante :

D'abord nous calculons, à partir du sinogramme de l'ensemble de l'objet (connu à basse résolution) le sinogramme de la partie qui ne sera pas vue en condition locale :

Étape 1 : nous supprimons sur le fantôme à basse résolution l'information concernant la partie centrale (figure 3.5) en annulant la valeur des pixels .

Étape 2 : ce fantôme modifié est mis à échelle pour l'adapter à la résolution de la position locale (figure 3.5).

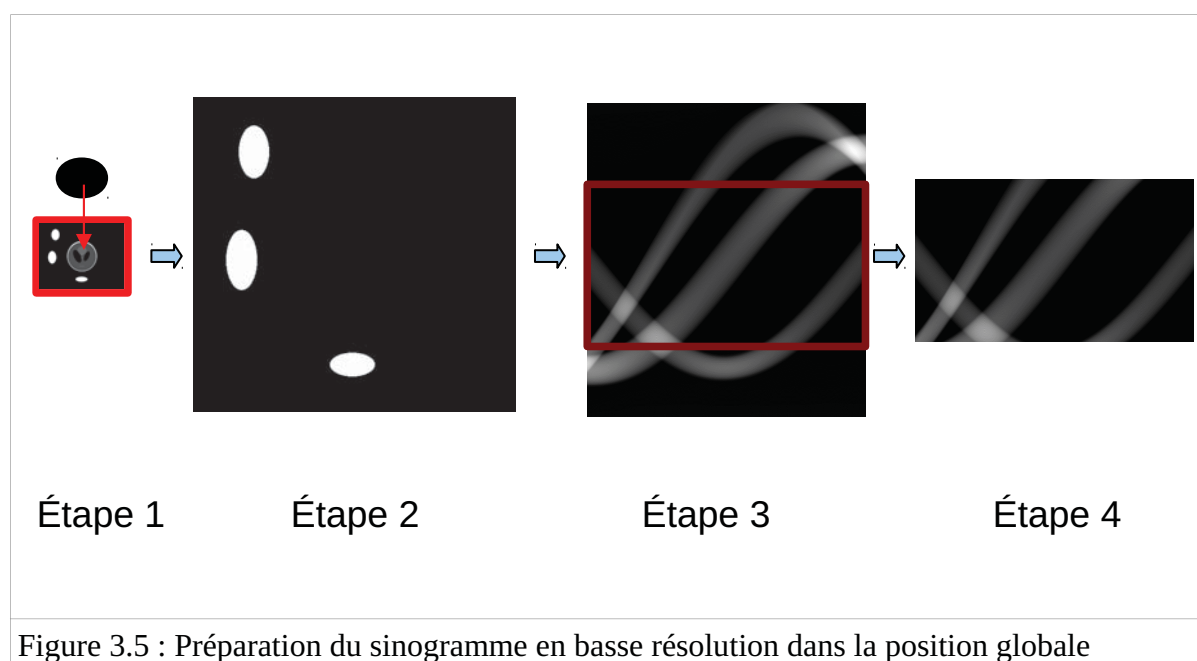
Étape 3 : Nous calculons à partir de ce fantôme la contribution au sinogramme de la

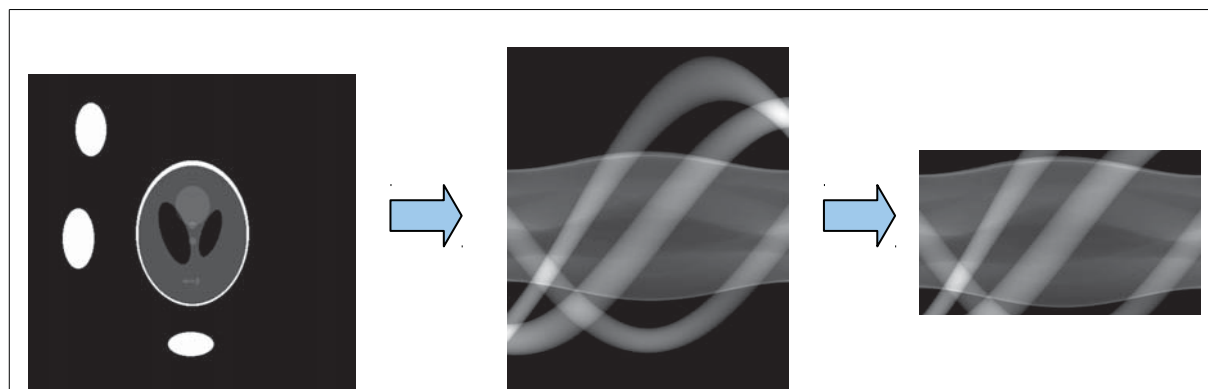
partie externe (figure 3.5).

Étape 4 : Nous redécoupons ce sinogramme de la partie externe pour supprimer les parties non vues par le détecteur quand l'acquisition est effectuée de manière locale (figure 3.10). Quand cette contribution est calculée, nous simulons ensuite à partir du fantôme à haute résolution, l'acquisition d'un sinogramme en conditions locales (figure 3.11). Notons que dans le cas où les images à plusieurs résolutions sont acquises expérimentalement, cette étape n'est pas nécessaire.

Étape 5 : nous préparons le sinogramme en haute résolution à partir simplement du calcul du sinogramme par les logiciels puis de sa découpe (figure 3.6).

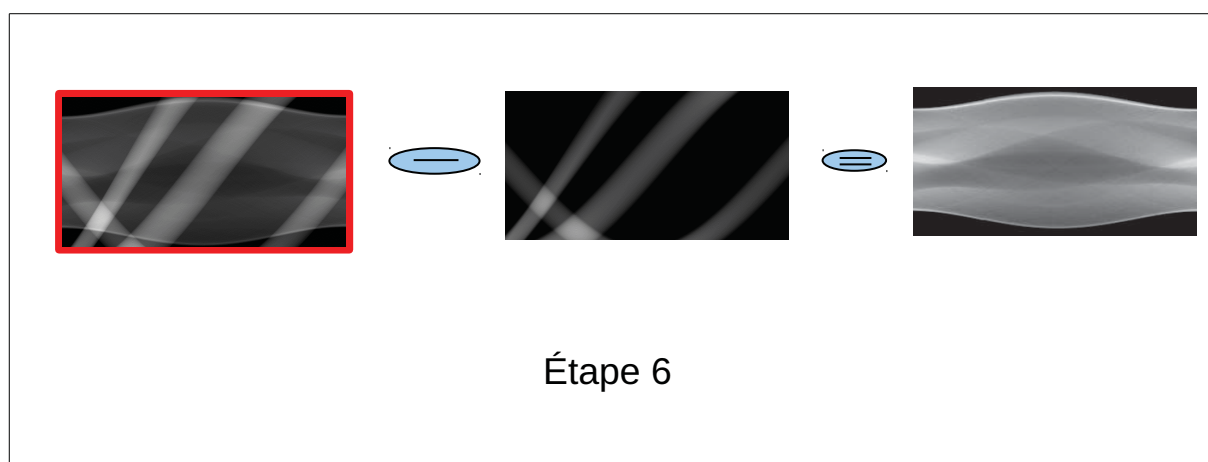
Étape 6 : nous soustrayons les deux sinogrammes, nous obtenons ainsi un nouveau sinogramme corrigé, qui ne contient que l'information sur la partie qui nous intéresse. Ce sinogramme corrigé est ensuite utilisé pour reconstruire la partie centrale (figure 3.7).





Etape 5

Figure 3.6 : Préparation du sinogramme en haute résolution dans la position locale (cette étape est inutile si une acquisition expérimentale haute résolution a été effectuée).



Étape 6

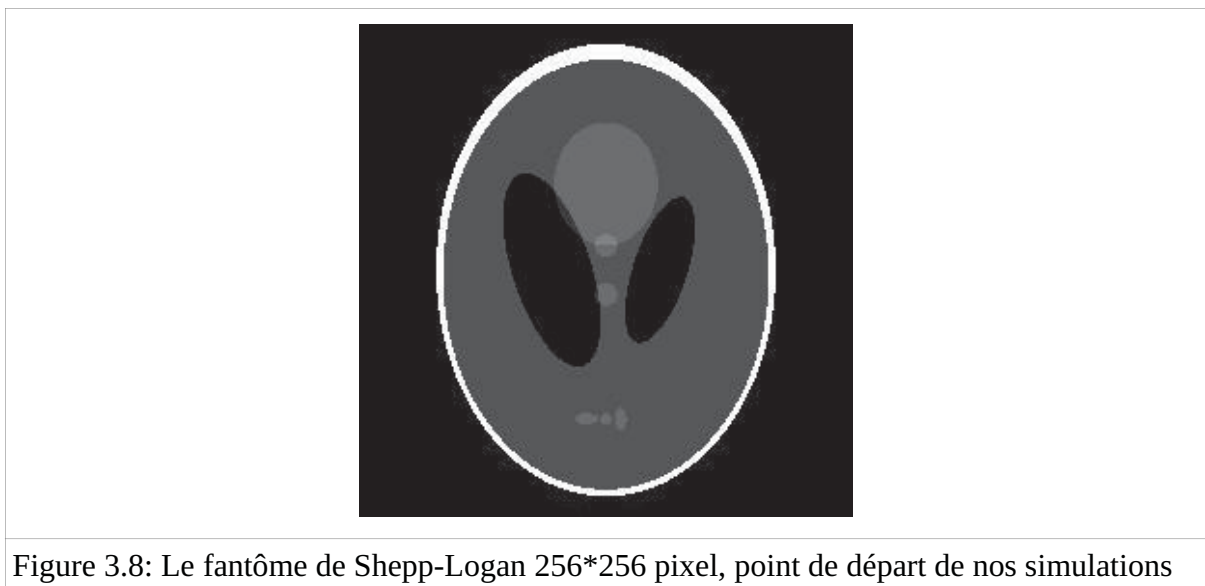
Figure 3.7 : Calcul du sinogramme corrigé

Pour caractériser la qualité de la correction, on peut par exemple faire une comparaison quantitative sur Histogramme ou calculer des différences entre les résultats. Dans la première partie de ce chapitre, nous présentons plutôt des calculs de l'EQM entre le fantôme de départ, pouvant s'apparenter à une reconstruction « parfaite », et l'image reconstruite « corrigée ».

3.3 Implémentation sur des simulations

3.3.1. Différents environnements pour la tomographie locale

Pour simuler des situations classiques de tomographie locale, nous avons procédé de la sorte : notre image de départ est le fantôme de Shepp-Logan (figure 3.8) très utilisé pour faire des tests de performance en algorithme de reconstruction tomographique. Ce fantôme est d'abord collé numériquement à l'intérieur d'une coupe reconstruite de plus grande dimension matérialisant différents cas possibles d'environnement.

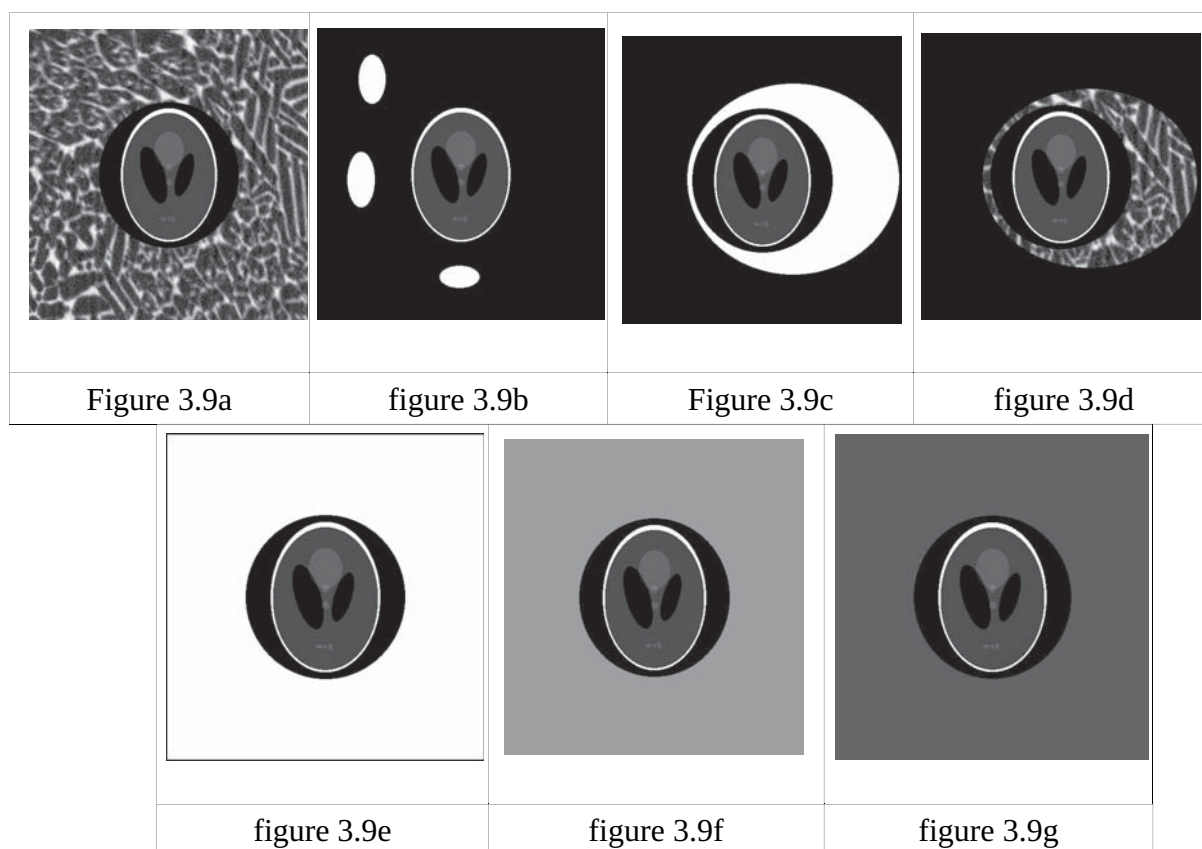


La figure 3.9 montre les 7 cas d'environnement que nous avons considéré : ils sont représentatifs de la plupart des cas concrets de tomographie locale que l'on peut rencontrer. Tous les fantômes sont en NG de 32bit, les valeurs de NG sont comprises entre 0 et 1. Les cas d'environnement étudiés sont les suivants :

- 1) le fantôme est au milieu d'une microstructure de type matériau cellulaire (figure 3.9a).
- 2) 3 défauts absorbants autour du fantôme (figure 3.9b).
- 3) le fantôme est mis en position excentrée dans un cylindre absorbant (figure 3.9c).
- 4) le fantôme est mis en position excentrée dans une microstructure de type matériau cellulaire (figure 3.9d).
- 5) le fantôme est au milieu d'un matériau massif avec un grand coefficient d'absorption (figure 3.9e).
- 6) le fantôme est au milieu d'un matériau massif avec un coefficient d'absorption moyen

(figure 3.9f).

- 7) le fantôme est au milieu d'un matériau massif avec un coefficient d'absorption faible (figure 3.9g).



3.3.2 Effet du type d'interpolation

Notre premier résultat important de ces simulations est l'effet du type d'interpolation pendant l'étape de grossissement des images (figure 3.5 : étape 2). Cette interpolation peut être réalisée de plusieurs manières «Cubique», «linéaire» ou en utilisant la valeur du plus proche voisin «nearest». On peut voir sur la figure 3.10, qui présente les valeurs d'EQM calculées entre fantôme parfait et fantôme reconstruit corrigé dans 5 des cas que nous avons simulés que les reconstructions utilisant les interpolations cubique et linéaire sont systématiquement meilleures que celle utilisant les plus proches voisins.

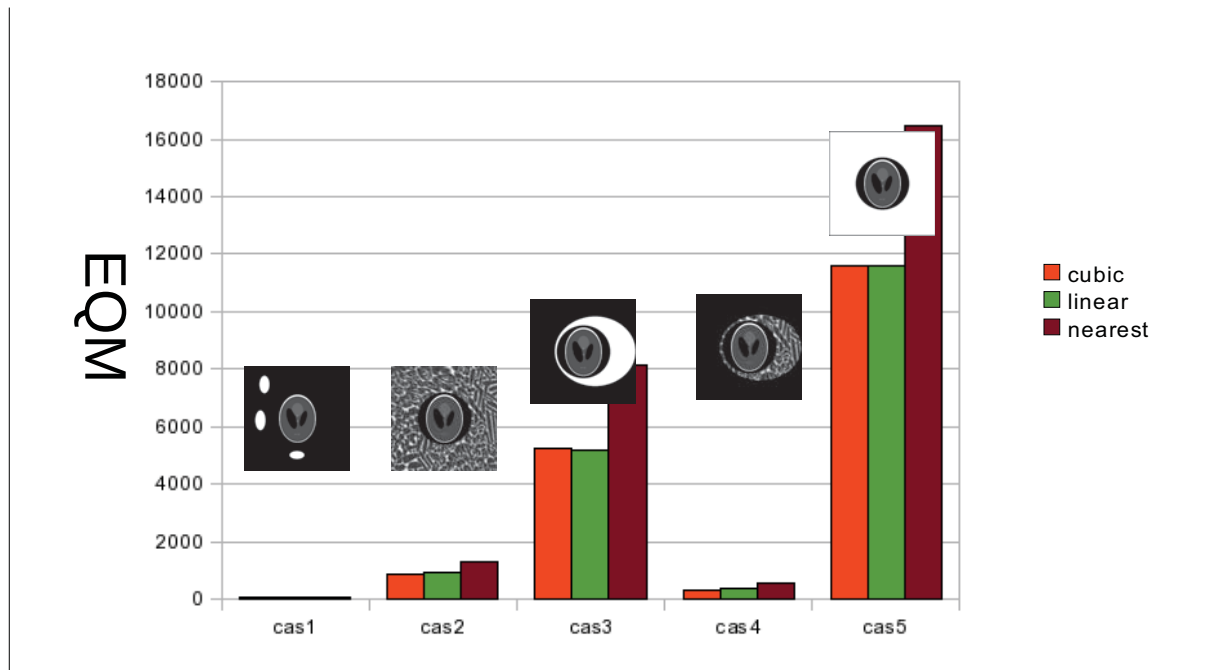


Figure 3.10 : Les valeurs d'EQM entre fantôme parfait et fantôme reconstruit corrigé par notre méthode avec les 3 types d'interpolation dans 5 des cas simulés

3.3.3. Effet du rapport entre la taille de l'échantillon et la taille analysée en tomographie locale

Un des paramètres très importants en tomographie locale est le rapport entre d (la taille du champ de vue) et D (le diamètre d'échantillon) (figure 3.11). Le rapport d/D est inférieur 1. Quand le rapport d/D est petit, la taille de la zone de perturbation est plus grande.

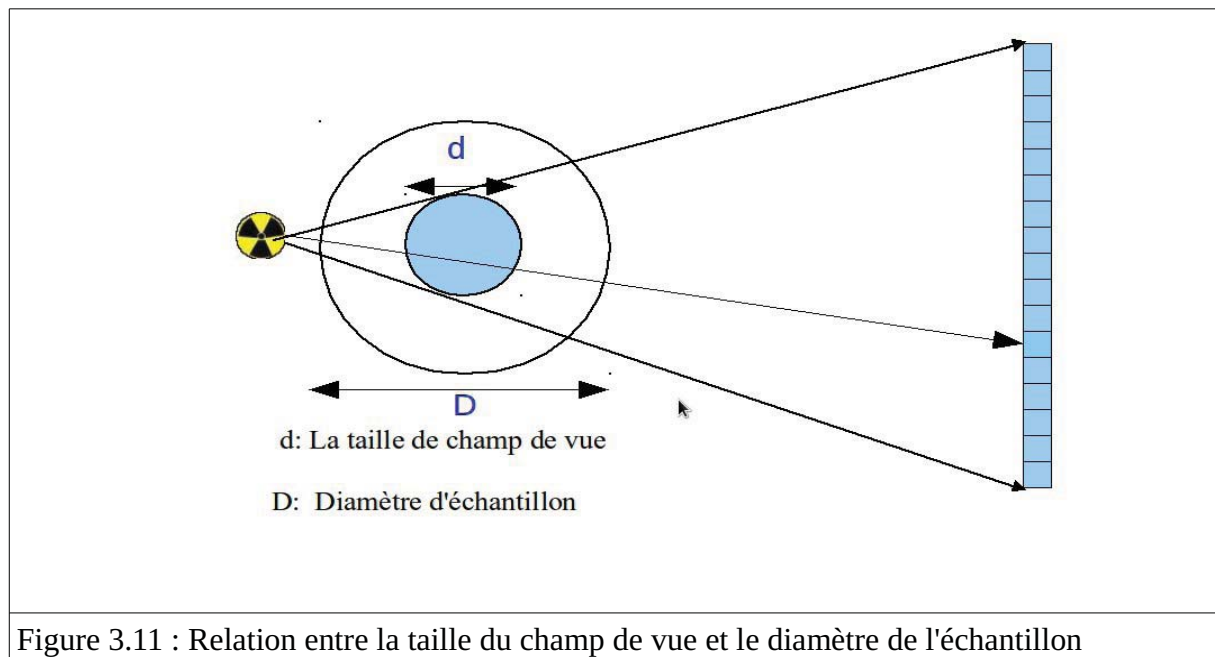


Figure 3.11 : Relation entre la taille du champ de vue et le diamètre de l'échantillon

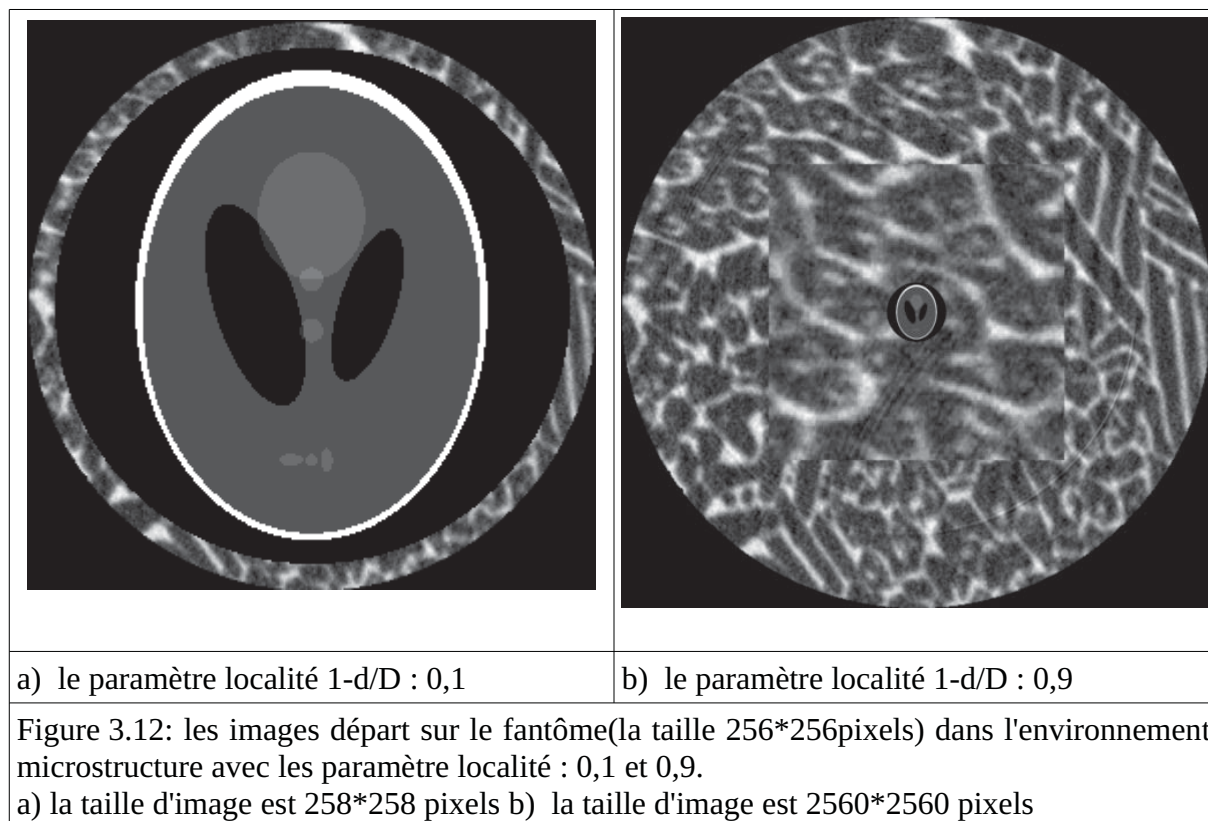
3.3.4 Comparaison de l'influence du type d'environnement

Introduction


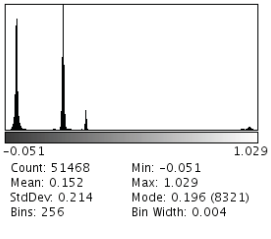

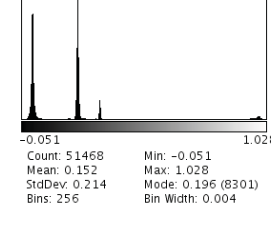

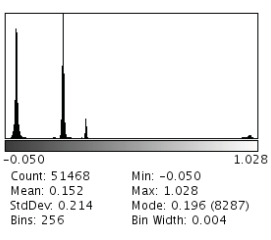

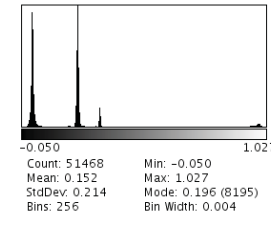

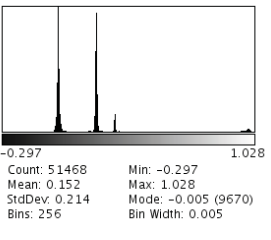

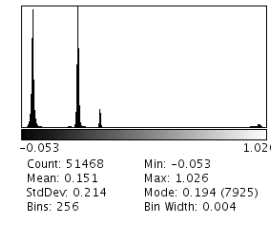

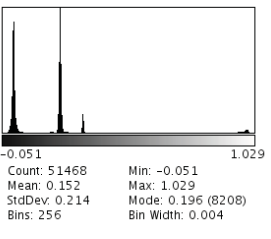

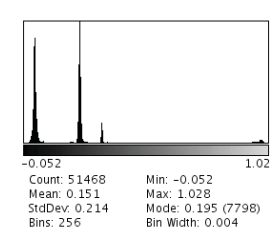

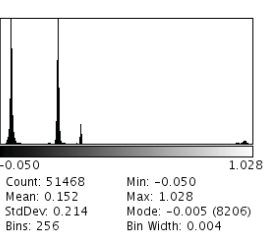

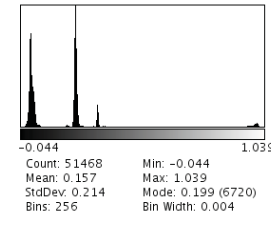
Nous présentons l'effet de la correction en détail sur un cas puis nous synthétiserons l'impact des différents environnements. Nous montrerons les images reconstruites dans les deux cas, les histogrammes et les valeurs de l'EQM. Enfin nous présentons les résultats illustrant l'influence de l'échelle de la taille D d'environnement et la taille d de fantôme (nous utiliserons plutôt $1-d/D$ et le ferons varier de 0,1 à 1).

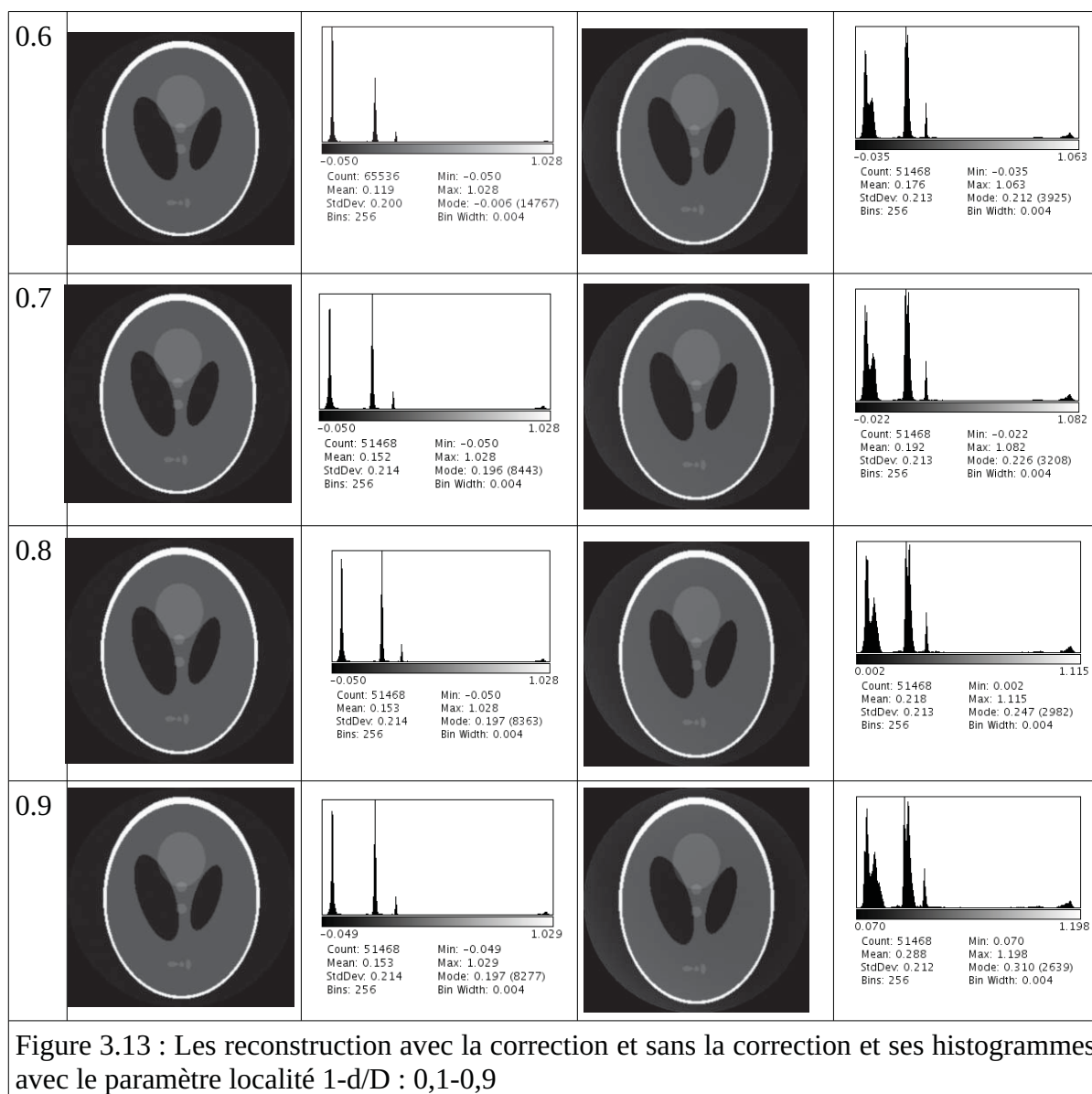
Le premier cas

Les figures 3.12a et 3.12b montrent deux images types utilisées pour étudier l'effet d'environnement. La taille de fantôme est fixée à 256×256 pixels. Nous avons ensuite augmenté la taille d'environnement pour obtenir les différentes valeurs du paramètre de localité. Sur la figure 3.12a, la taille totale de l'image est 258×258 pixels ce qui conduit à un paramètre de localité de 0,1. Sur la figure 3.12a=b, la taille est cette fois de 2560×2560 pixels pour un paramètre de localité de 0,9.

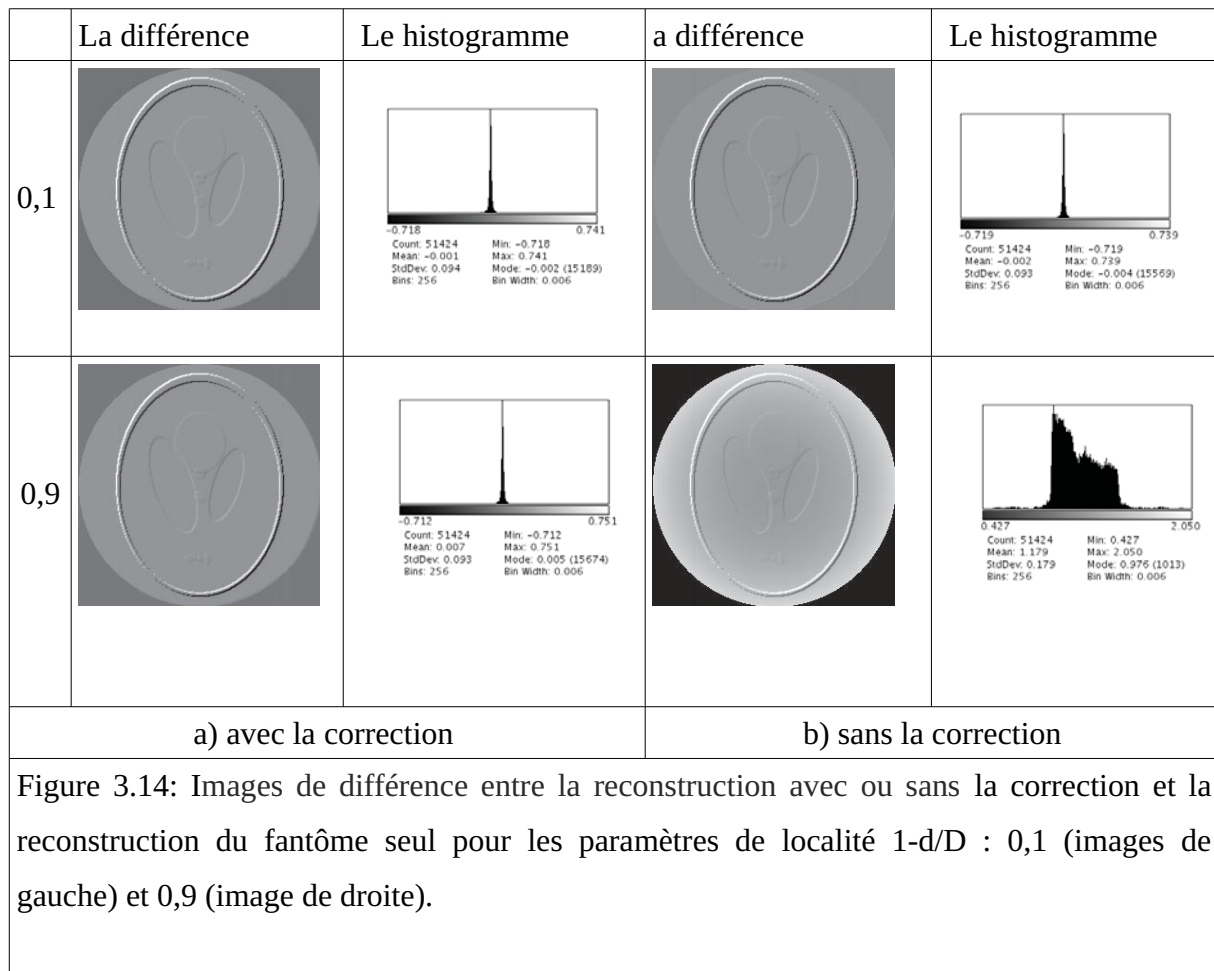


Nous constatons que les images des reconstructions avec et sans la correction sont relativement identiques (figure 3.13). L'histogramme sur la reconstruction avec la correction présente des pics dont les valeurs sont plus proches de celle du fantôme. L'histogramme sur la reconstruction sans la correction présente lui des pics décalés et moins intenses que pour le fantôme.

1-d/D	corrigé	histogramme	Non corrigé	histogramme
0.1		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.051 Max: 1.029 Mode: 0.196 (8321) Bin Width: 0.004		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.051 Max: 1.028 Mode: 0.196 (8301) Bin Width: 0.004
0.2		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.050 Max: 1.028 Mode: 0.196 (8287) Bin Width: 0.004		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.050 Max: 1.027 Mode: 0.196 (8195) Bin Width: 0.004
0.3		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.297 Max: 1.028 Mode: -0.005 (9670) Bin Width: 0.005		 Count: 51468 Mean: 0.151 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.053 Max: 1.026 Mode: 0.194 (7925) Bin Width: 0.004
0.4		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.051 Max: 1.029 Mode: 0.196 (8208) Bin Width: 0.004		 Count: 51468 Mean: 0.151 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.052 Max: 1.028 Mode: 0.195 (7798) Bin Width: 0.004
0.5		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.050 Max: 1.028 Mode: -0.005 (8206) Bin Width: 0.004		 Count: 51468 Mean: 0.157 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.044 Max: 1.039 Mode: 0.199 (6720) Bin Width: 0.004



La figure 3.14 montre les images de différence entre la reconstruction avec ou sans la correction. Dans le cas du paramètre de localité 1-d/D=0,1, les valeurs de Niveau de Gris de la différence avec ou sans la correction sont proches de 0, ce qui est visible sur les histogrammes également fournis. Par contre, dans le cas de 0,9, la différence dans le cas corrigé présente presque la même distribution que dans le cas de 0,1 mais la différence sans la correction atteint des niveaux très importants, visibles sur l'histogramme.



La figure 3.15 montre l'influence de la taille de l'environnement local et l'effet de la correction par rapport au fantôme sur l'EQM dans le cas de simulation 1. Nous verrons juste après que ce cas est celui induisant le moins de perturbation. Nous pouvons voir que dans le cas 'non corrigé', l'EQM augmente avec l'effet de tomographie locale (1-d/D grand). Dans le cas 'corrigé', la valeur de l'EQM reste stable et montre donc un apport important de la correction malgré les effets d'extrapolation des sinogrammes à basse résolution que nous avons quantifié précédemment.

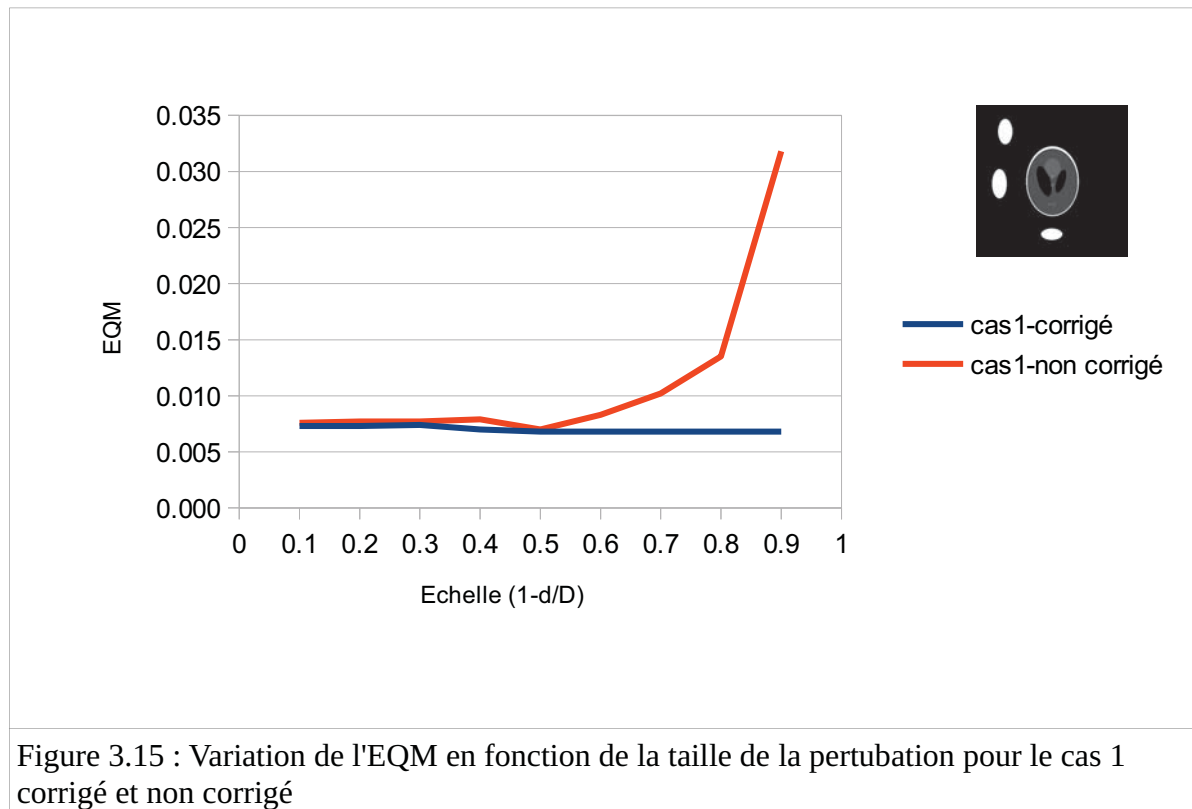


Figure 3.15 : Variation de l'EQM en fonction de la taille de la perturbation pour le cas 1 corrigé et non corrigé

La figure 3.16 montre les courbes des valeurs d'EQM sur les reconstructions avec la correction sur tous les 7 cas. Les courbes sont toutes assez proches les unes des autres et montrent un EQM faible et constant quel que soit le cas. La figure 3.17 montre par comparaison les courbes des valeurs d'EQM sur les reconstructions sans la correction. Nous constatons que quand le coefficient d'absorption est plus grand, la valeur d'EQM est plus grande et donc l'influence de l'environnement sur la reconstruction locale est plus grande. Nous montrons donc par comparaison de ces deux graphiques que les reconstructions avec notre méthode donnent un même résultat dans tous les cas et à toutes les échelles. Notre méthode de correction est d'autant plus utile que le coefficient d'absorption de la zone environnante est grand, c'est à dire pour une grande taille de cette zone, ou si elle est constituée d'un matériau avec un grand coefficient d'absorption.

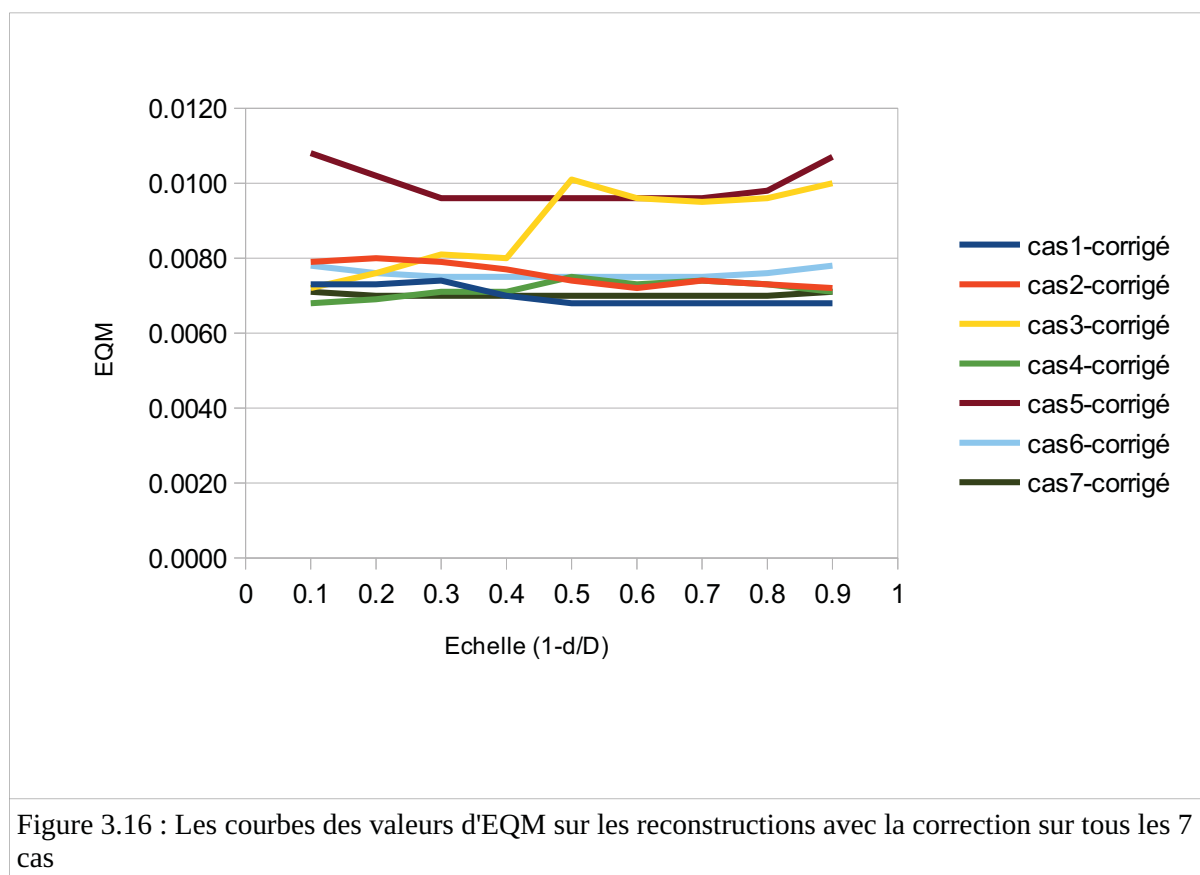


Figure 3.16 : Les courbes des valeurs d'EQM sur les reconstructions avec la correction sur tous les 7 cas

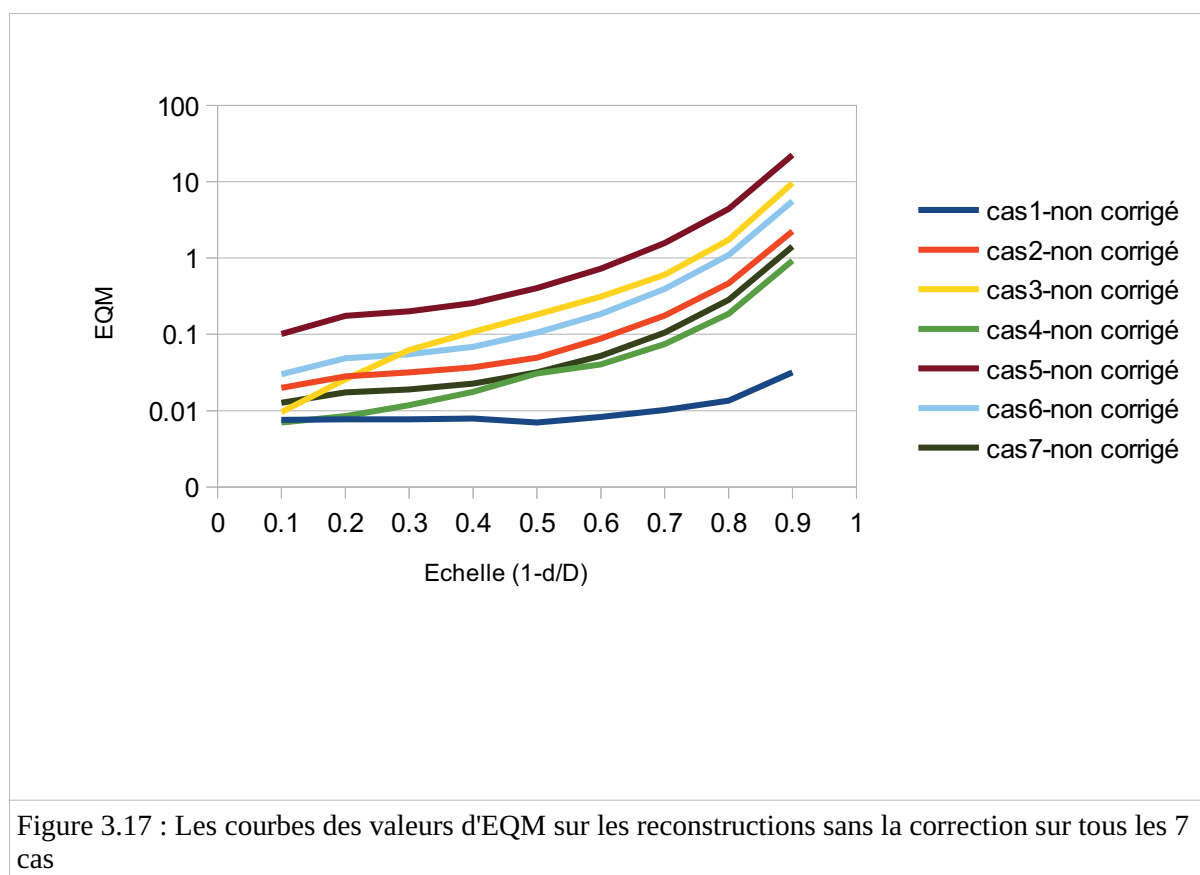
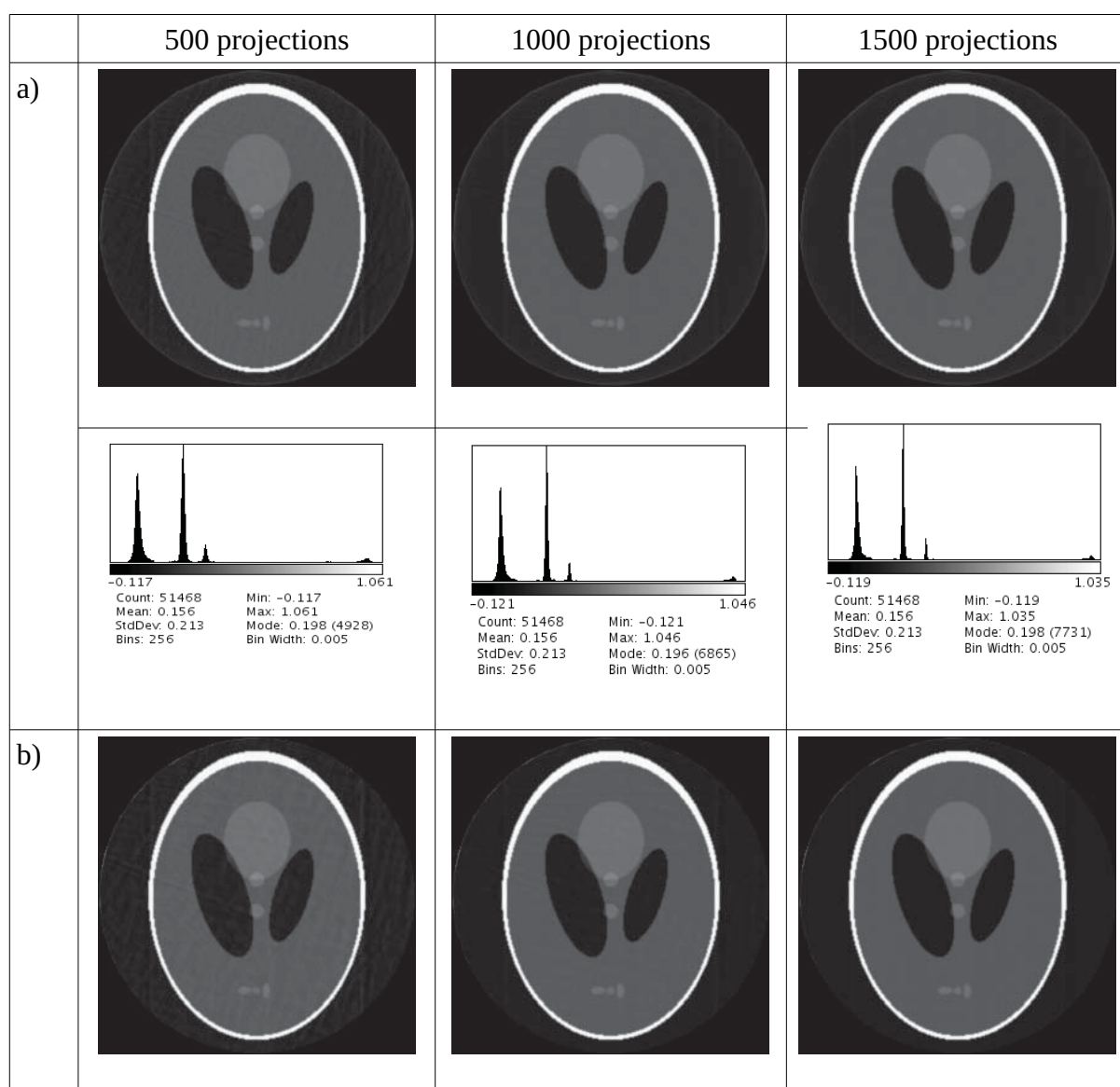


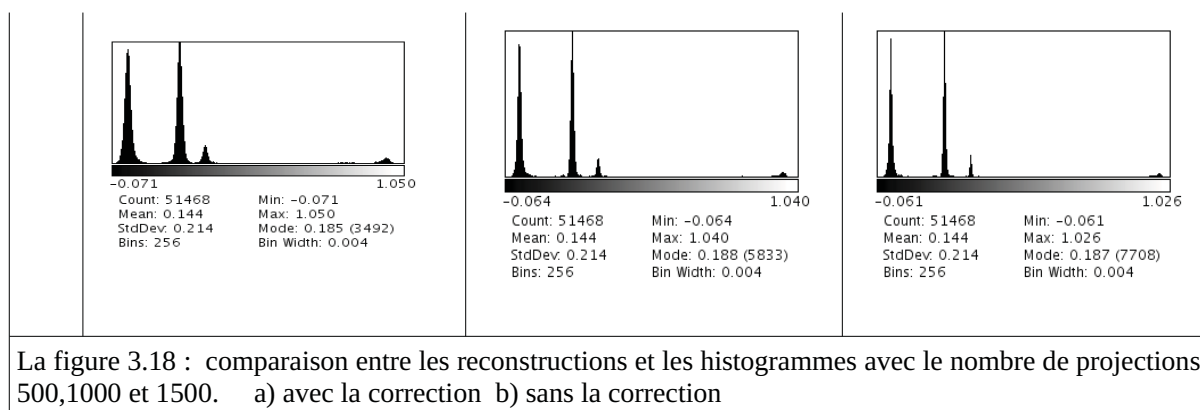
Figure 3.17 : Les courbes des valeurs d'EQM sur les reconstructions sans la correction sur tous les 7 cas

3.3.5 Influence du nombre de projections

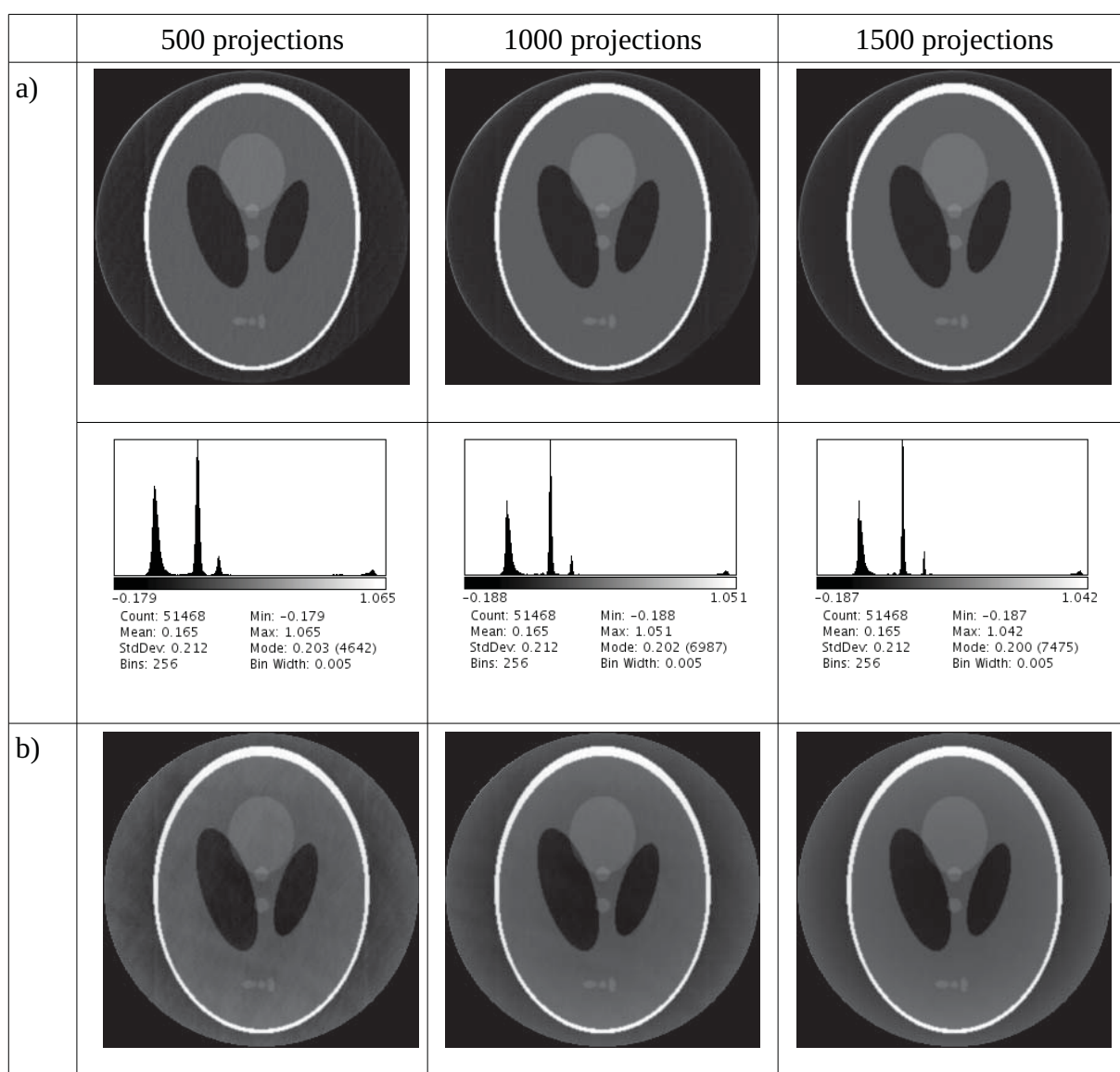
Le nombre de projections est un paramètre très important pour la tomographie. Nous savons que avec plus de projections, la reconstruction est meilleure, mais le temps de scan est plus long. Puisque notre méthode de correction est utile, nous voulons savoir si elle peut donner aussi de bons résultats dans les cas avec un petit nombre de projections.

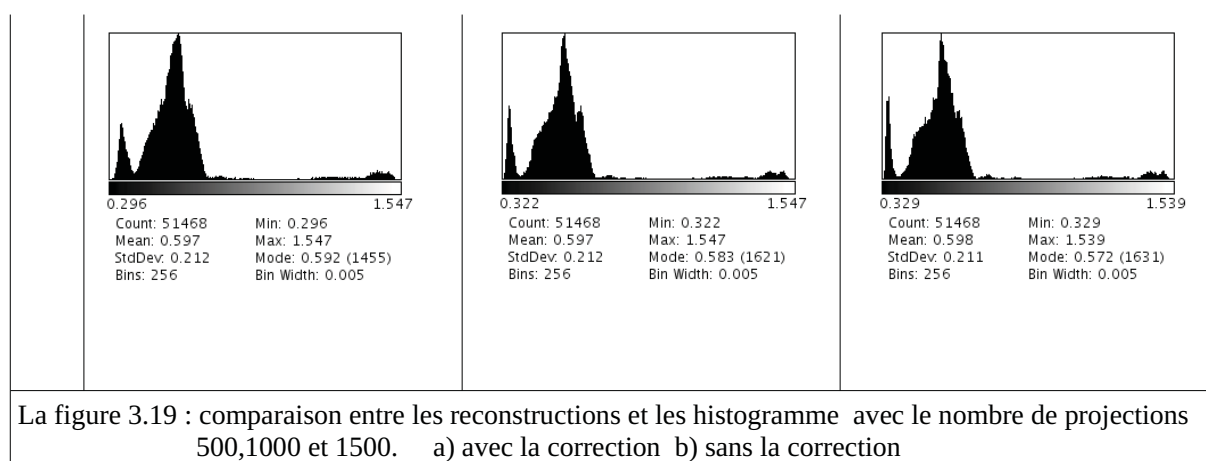
La figure 3.18 présente les reconstructions avec les nombres de projections 500, 1000 et 1500. Ces images sont reconstruites avec ou sans notre méthode de correction et avec le fantôme situé au milieu d'une microstructure de type matériau cellulaire (cas 2) avec un paramètre $1-d/D=0,3$.





La figure 3.19 présente les reconstructions avec un paramètre de localité $1-d/D=0,8$.





Un tableau sur les valeurs d'EQM des reconstructions est présenté ci-dessous :

	Paramètre de localité=0,3		Paramètre de localité=0,8	
	Avec la correction	Sans la correction	Avec la correction	Sans la correction
500 projections	0,0007	0,0268	0,0007	0,4861
1000 projections	0,0007	0,0265	0,0007	0,4847
1500 projections	0,0007	0,0262	0,0007	0,4838

A partir des reconstructions, nous montrons que l'image de reconstruction avec notre méthode de correction est plus nette que la reconstruction sans la correction dans les cas de projections 500, 1000 et 1500. Ceci est très notable pour un petit nombre de projection ce qui est confirmé par les mesures d'EQM. Quand le nombre de projection est moindre, la reconstruction avec notre méthode est meilleure. Entre le paramètre de localité 0,3 et 0,8 , la reconstruction avec notre méthode de correction avec 0,8 est meilleure que avec 0,3.

3.3.6 Conclusion

Dans cette partie, nous avons étudié par simulation l'intérêt de notre méthode de correction. Cette méthode de correction peut facilement être implémentée sous Matlab et nous avons testé différents environnements. Notre implémentation est restreinte à une reconstruction en faisceau parallèle. Nous en tirons les conclusions suivantes :

- Si l'environnement est plus absorbant, la correction est plus nécessaire.
- Nous avons aussi testé l'effet du degré de tomographie locale. Notre méthode permet de supprimer des dégradations progressives de l'image lorsque le degré de tomographie locale augmente et nous avons observé ceci quelque soit le type d'environnement. La correction améliore grandement les images de reconstruction pour les grandes valeurs de $1-d/D$.
- Cette méthode permet de supprimer des dégradations des images en tomographie locale lorsqu'on diminue le nombre de projections. La méthode de correction permet de compenser cette dégradation même avec $\frac{1}{4}$ des projections : cela permet aussi de réduire les temps d'acquisition (l'in situ continu devient possible à l'ESRF avec une optique en multi résolution)

3.4 Application de la méthode de correction à des acquisitions tomographiques réelles

La figure 3.20 montre les reconstructions d'une coupe sur un mousse de Titane en basse résolution et en haute résolution. Elles sont obtenues à l'ESRF. Le paramètre de localité $1-d/D$ est 0,8. Le nombre de projection est de 2000. La taille d'image est de 2048×2048 pixel. La taille des pixels en basse résolution est de $2,8 \mu\text{m}$ et dans ce cas, le champ de vue permet de reconstruire tout l'échantillon. En haute résolution la taille du pixel a été modifiée sans changer la position de l'objet en utilisant le changement automatique d'objectif disponible à l'ESRF sur le tomographe de la ligne ID19. Nous avons ainsi utilisé une taille de pixels de $0,28 \mu\text{m}$. Nous constatons visuellement que, sans correction, les images sont bruitées mais qualitativement, le résultat non corrigé (c'est à dire reconstruit comme si l'acquisition avait été globale) est relativement bon. nous observons sur la figure 3.20b que beaucoup de détails sont révélés à haute résolution, notamment on distingue plus nettement une microporosité dans les parois en titane de la mousse (trou noir dans la phase blanche). Cette microporosité, décelable sur la figure (a) à basse résolution, est nettement mieux décrite sur la figure (b). Elle est liée au caractère partiel du frittage des parois lors de la fabrication du matériau.

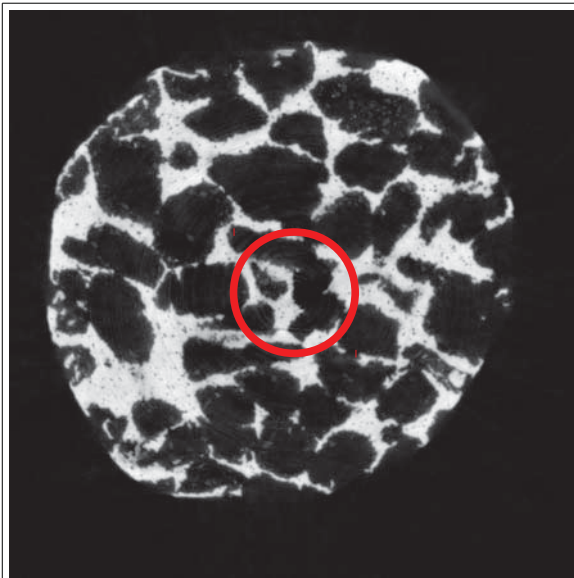


Figure 3.20a : reconstruction en basse résolution

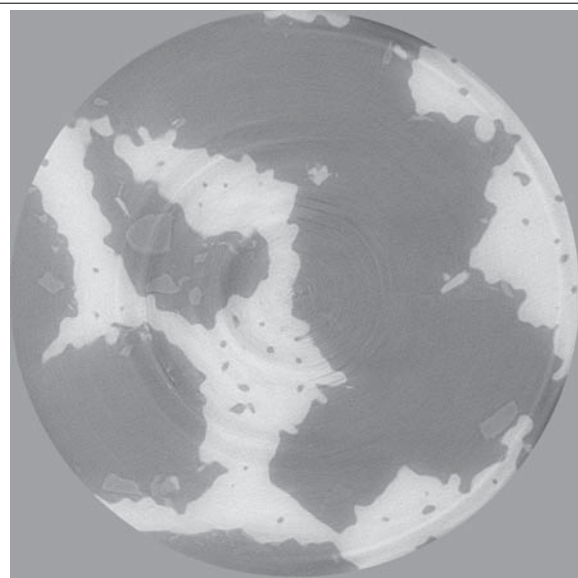


Figure 3.20b : reconstruction en haute résolution

Chapitre 3 : La reconstruction en tomo locale

La figure 3.21 montre les résultats de notre méthode de correction. Le cas expérimental que nous traitons est par exemple proche du cas n°4 présenté plus haut et on peut donc s'attendre au même type de résultats.

Sur la figure 3.21, on constate peu de différences entre la reconstruction avec la correction et sans la correction. Nous observons que les bords des parois dans la reconstruction avec la correction sont plus nets et plus clairs que pour la reconstruction sans la correction. Nous sommes expérimentalement dans un cas où le rapport $1-d/D$ est égal à 0,8. L'histogramme traduit l'impression visuelle de l'effet de notre correction : celle-ci réduit le bruit dans l'image.

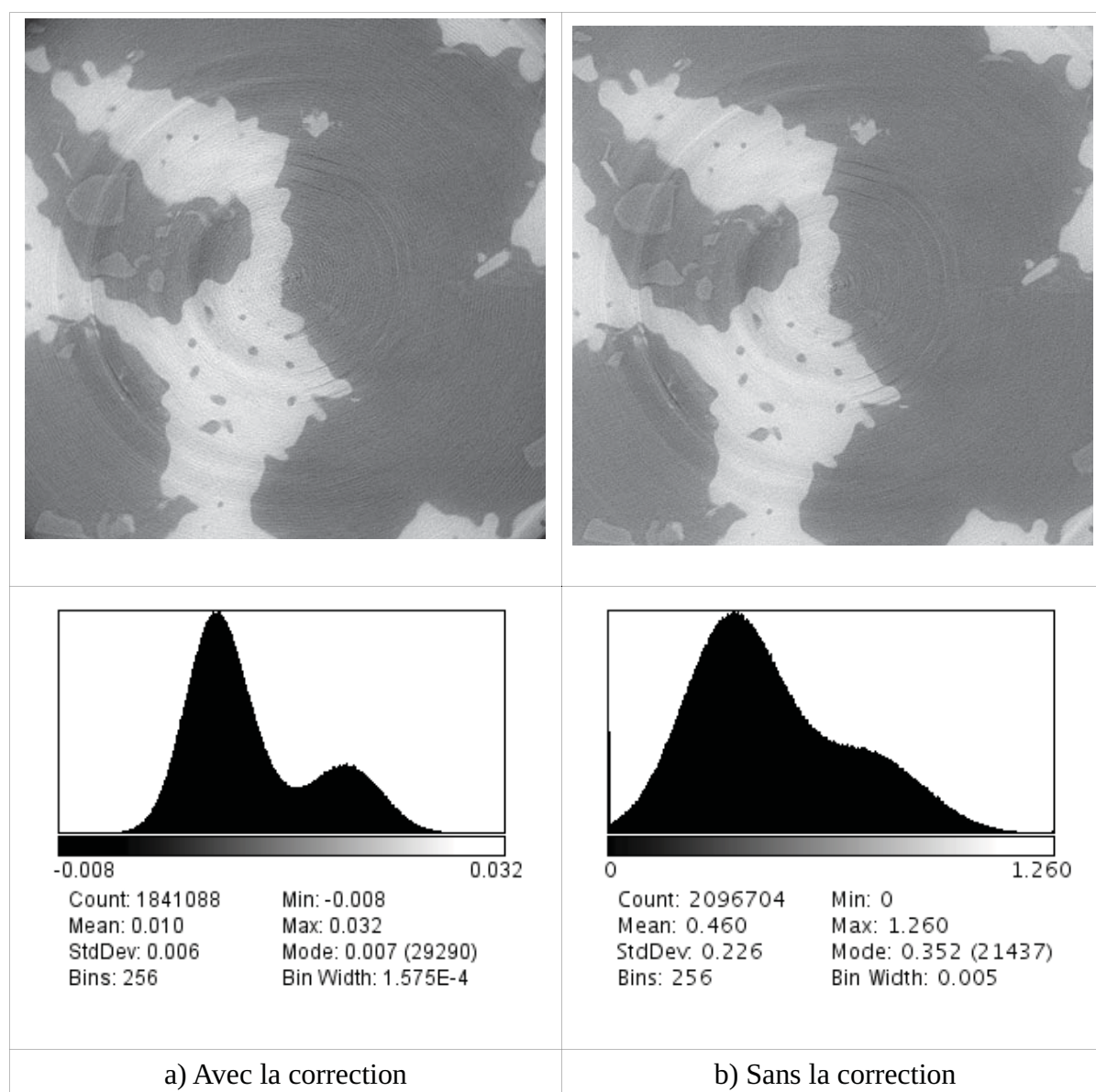
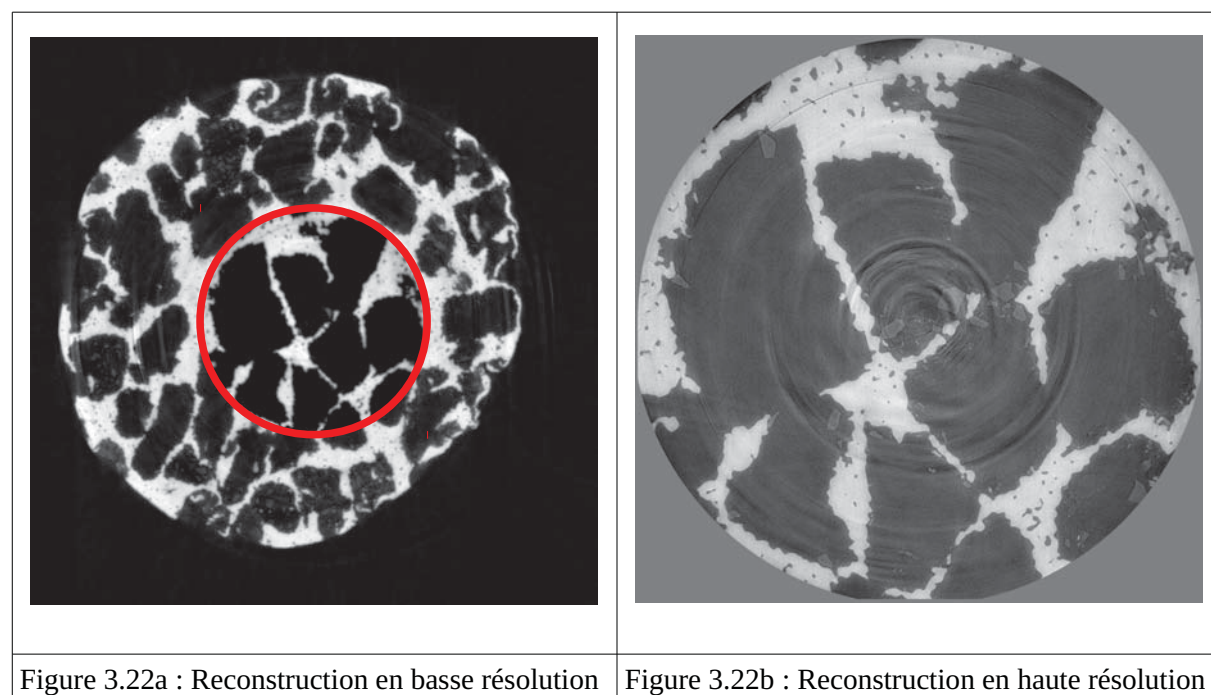
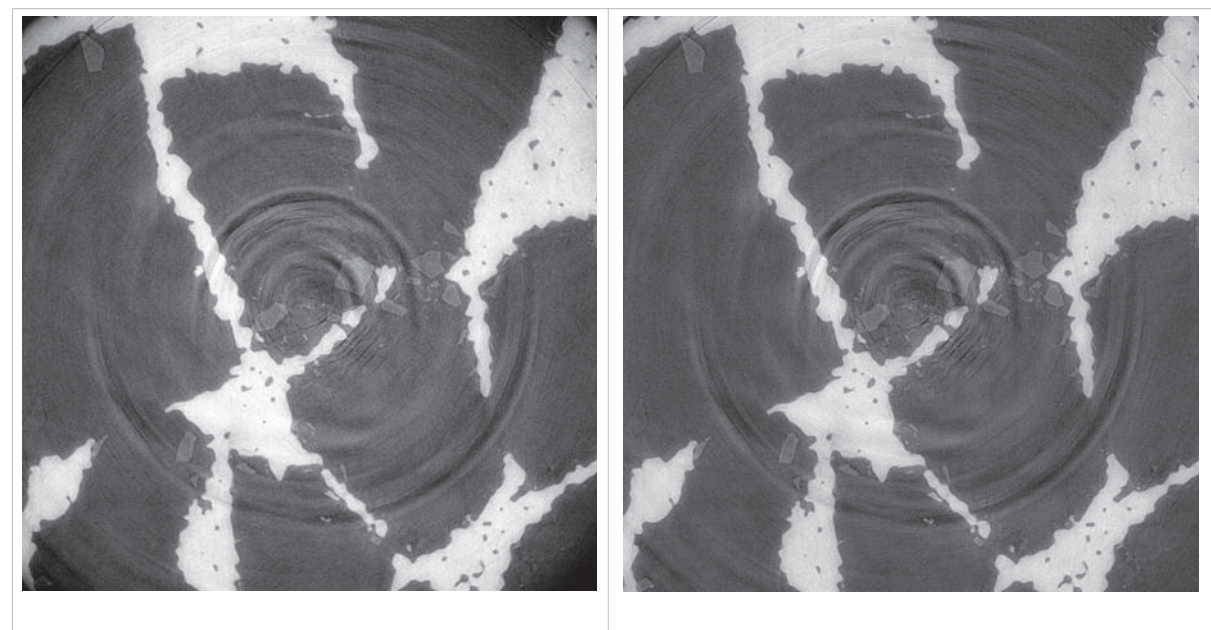


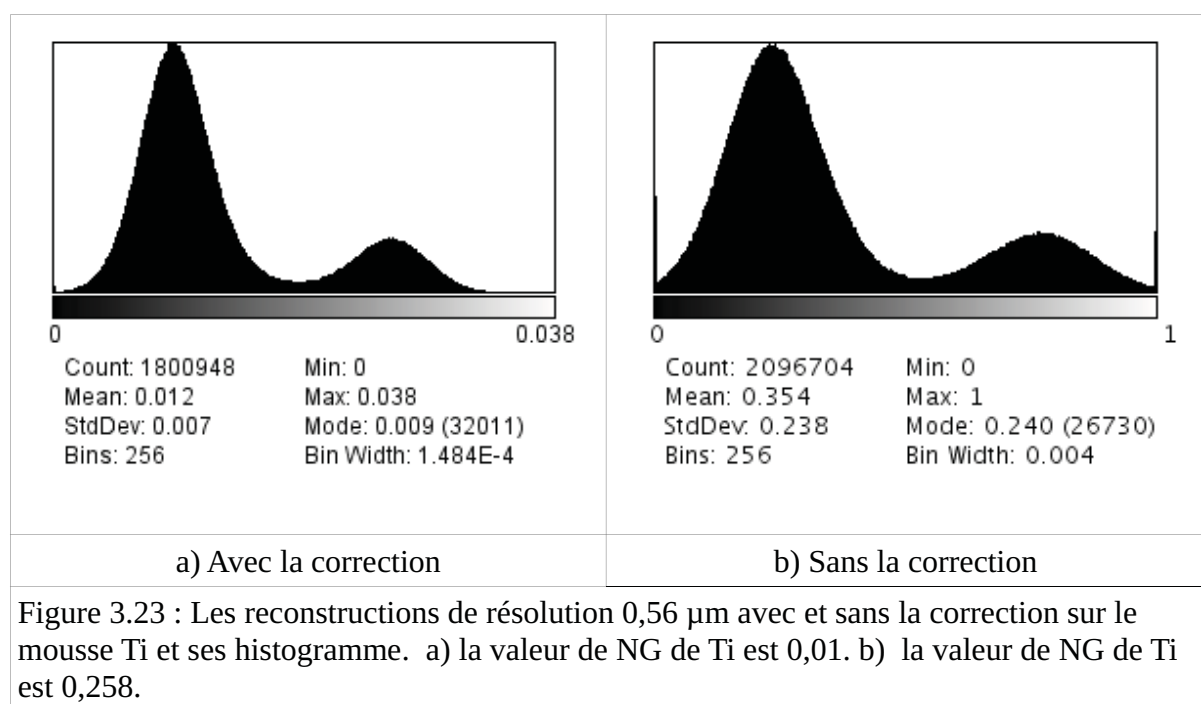
Figure 3.21 : Les reconstructions de résolution 0,28 μm avec et sans la correction sur le mousse Ti et ses histogrammes. a) la valeur de NG de Ti est 0,009. b) la valeur de NG de Ti est 0,295

La figure 3.22 montre les reconstructions d'une coupe de mousse Ti en basse résolution ($2,8\mu\text{m}$) et en haute résolution mais pour un agrandissement moins important que sur la figure 3.21b (ici $0,56\mu\text{m}$). Le paramètre de localité $1-d/D$ est de $0,6$.



La figure 3.23 montre les résultats sur un mousse Ti. Nous sommes dans des conditions encore meilleures que le cas précédent (paramètre de localité = $0,6$) et n'observons que peu de différences entre la reconstruction avec la correction et sans la correction.





3.5. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les résultats de simulation avec la méthode de correction. Les environnements absorbants ont plus d'impact. L'effet de l'environnement se fait sentir à partir de $1-d/D > 0,4$ pour tous les cas. La méthode de correction est toujours utile :

- Dans le cas où la tomographie locale est faible, il y a peu d'impact de l'environnement mais la correction permet d'avoir des meilleures valeurs de niveau de gris.
- Dans le cas où la tomographie locale est forte, il y a un impact fort de l'environnement et la correction est nécessaire, pour que la reconstruction soit quantitativement correcte.

Sur les matériaux réels, la reconstruction sans correction est déjà relativement de bonne qualité mais elle demeure bruitée et surtout, les niveaux de gris ne correspondent pas à l'absorption réelle dans l'échantillon. Ceci est corrigé par cette méthode.

Chapitre 4 :
Comportement en traction de matériaux
cellulaires : application de la tomographie locale

Chapitre 4 : Comportement en traction de matériaux cellulaires : application de la tomographie locale

4.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous allons voir l'application de la tomographie locale in situ pour l'étude du comportement en traction de matériaux cellulaires. Ce chapitre se présente sous forme de deux articles : le premier concerne l'étude du comportement en traction d'une mousse d'aluminium de type ERG et le second l'étude du comportement en traction d'un empilement aléatoire de sphères creuses en acier. Le premier article a été accepté dans la revue *Advanced Engineering Materials* et est en cours de parution, le deuxième est en cours de soumission à *Materials Science and Engineering*. Dans les deux cas nous montrons l'apport d'une caractérisation multi-échelles en utilisant la tomographie locale pour comprendre les mécanismes d'endommagement principaux lors de la traction de ces mousses.

Dans le cas de la mousse d'aluminium ERG, nous verrons que les ruptures des bras de la mousse sont gouvernées par la présence d'intermétalliques uniquement visibles avec des scans hautes résolutions.

Dans le cas de l'empilement aléatoire de sphères creuses en acier, nous verrons que les hétérogénéités locales de l'épaisseur des sphères sont responsables de l'initiation de l'endommagement. Là encore ces informations ne sont accessibles que grâce à des scans réalisés à haute résolution.

Enfin il faut noter ici que les conditions de tomographie locale sont relativement faible dans les deux cas puisque nous verrons que nous avons un ratio d/D (défini au chapitre 3) qui est de 3 environ. Dans ce cas la correction que nous avons mise en place dans les premières parties de cette thèse n'est pas nécessaire.

4.1.1 Local tomography study of the fracture of an ERG metal foam

By T.Zhang^{1,3}, E.Maire¹, J. Adrien¹, P.R. Onck² and L.Salvo³

1.MATEIS UMR 5510, Université de Lyon St-Exupery building, 3rd floor, 25 avenue Jean Capelle, 69621 Villeurbanne, France

2.Zernike Institute for Advanced Materials, University of Groningen, Nijenborgh 4, NL-9747 AG Groningen, The Netherlands

3. SIMAP-GPM2, Université de Grenoble - CNRS, Domaine Universitaire BP 46 38402 Saint Martin d'Heres, France

Abstract

As one of the most important analysis techniques for nondestructive imaging, X-ray tomography has been widely used in materials science, medical science and industry to evaluate the behavior of porous materials. By using this method, a three dimensional volume can be inspected in order to visualize in situ the progress of damage in materials and this can be analyse qualitatively and quantitatively. In the present study, we have used X-ray tomography to investigate the fracture behavior of an ERG open cell aluminum foam. The process of damage development of a sample undergoing tension and the relation between the inter-metallics and the cracks can be observed totally by the X-ray tomography setup. Local tomography has in particular been used to image the microstructure at high resolution. A FE model has also been developed in order to simulate this process of the damage using the 3D data obtained by the tomography.

Introduction

Cellular solids, such as polymer and glass foams (or wools), have long been used for thermal insulation to exploit their low thermal conductivity. Ceramic foams have been used for instance as filters and catalyst supports. A major use of cellular solids is in packaging, since they exhibit good energy absorption properties. In the last three decades, metallic foams, the newest class of cellular solids has emerged with an interesting set of properties, see [1] for a

review of their mechanical properties.

X-Ray Computed Tomography (XRCT) has appeared recently to be a very powerful tool allowing to characterize the microstructure of cellular materials. It clearly appears now to be one of the more versatile techniques capable to provide nondestructive three dimensional (3D) images of a complete sample of cellular material. [2-7].

In most of these studies, the Laboratory-based version of XRCT (LXRCT, as opposed to the synchrotron based version SXRCT) has been used. A large number of laboratory-based tomographs are now available in different academic institutions and industrial laboratories and they are widely accessible. The resolution available using LXRCT is more than sufficient to visualize the cellular microstructure of cellular materials. Typical resolutions from few microns up to 50 microns are then commonly used. These images are also often obtained during in-situ mechanical tests (tension or compression including indentation). This has proved to be a very efficient technique to analyze the effect of the architecture of the material on the fracture process in tension [8, 9] or the collapse process in compression [10]. These images can also be quite straightforwardly used to produce FE models of the actual architecture of the foams. This has been shown for example in [9] and used many times in the literature since then [11-13].

Under these conditions of medium resolution, the actual microstructure of the solid metal (i.e. that of the struts and cell walls) can not be resolved. It has been shown however in [14-17] that inter-metallics present in metal foams play a key role at the local scale on the fracture process. This has been observed on ERG aluminum based metal open cell foams in several of these studies [see e.g. 16, 17].

In this paper, we will use LXCRT images of ERG foam at two different scales during an in situ tensile test to analyze the global fracture process but also the effect of the microstructure of the metal inside the struts on the local fracture process. The high resolution will be acquired in the so called “local” tomography mode, where the sample is larger than the field of view of the detector. The low resolution image in the initial state will be used to produce a FE model of the structure of the foam and the FE calculation will be used to analyze the

fracture process experimentally observed during the in situ tensile test.

In-situ LXRCT

A parallelepipedic 15 mm x 10 mm x 4 mm sample of ERG foam was cut. One standard M5 screw was glued with epoxy at each end of the sample to allow an easy attachment to the two grips of the tensile stage. During the gluing process we took care of maintaining the alignment of the two screws using a little device especially designed for this purpose. The tensile rig is shown in an unmounted state in Fig. 1. The bottom part was first mounted on the rotating stage of the tomograph. Then the sample was screwed in the top grip, attached through the force sensor to an aluminum tube, surrounding the entire sample and acting as the structural part of the rig (*i.e.* replacing the two classical structural beams of a standard tensile rig). This aluminum tube is 1 mm thin and its external diameter is about 16 mm. It is rather transparent to the X-Rays and absorbs in the same manner in each angular position. It is then not perturbing the reconstruction of the tomograms.

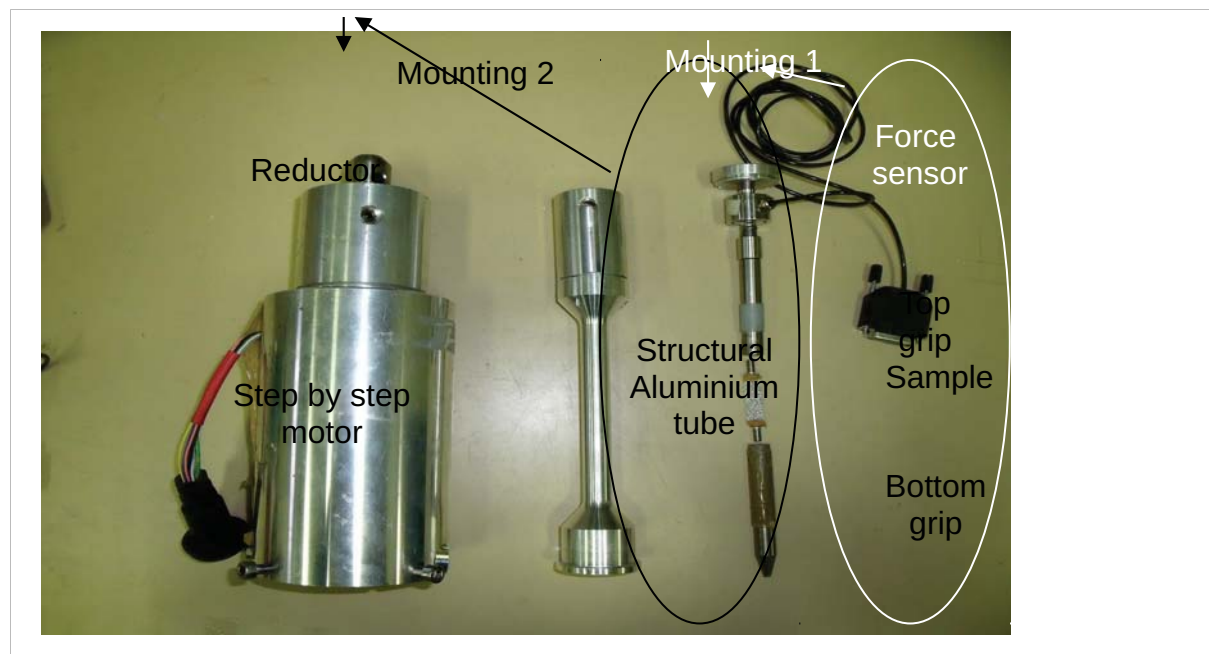


Fig. 1: Tensile device used for the in situ tensile test in the laboratory tomograph. The sample is first screwed in the top and bottom grip. The assembly is then mounted inside the structural aluminum tube (mounting 1). This is then mounted on the motor (mounting 2) and the entire setup goes to the rotation stage of the tomograph.

The force is recorded as a function of time. The displacement of the bottom grip is imposed at a constant speed of 0.001 mm/sec leading to a strain rate of $6.6 \times 10^{-5} \text{ sec}^{-1}$.

Local X-Ray tomography scans with a resolution of 3 microns were first acquired with the sample mounted on the rig inside the tomograph in the unloaded stage. The purpose of the analysis is to obtain a good description of the microstructure and the internal defects before deformation. In this mode, the field of view of the detector in our system is about 4.5 mm in height and 5.7 mm in width only. To acquire an image of the entire sample, it was then necessary to perform 15 successive acquisitions, physically displacing the sample in a plane parallel to the detector between each acquisition to scan it in a different location (3 horizontal times 5 vertical displacements). These high resolution reconstructions were used to detect the presence of inter-metallics and pores in the structure. The tomograph was operated with a 90 kV acceleration voltage using a tungsten transmission target with a 170 μA current. The spot size is about 2 microns in these conditions. The incident X-Ray beam was not filtered. The reconstruction algorithm is a standard filtered back projection implemented in the software included in the commercial package of the tomograph.

It can be seen on the two gray level reconstructed slices shown in Fig. 2 (a) and (b) that the inter-metallics are clearly detectable even though they are not fully resolved because 3 microns is not a good enough resolution for this purpose. It has been shown many times in the literature [18-20] that synchrotron images, with a resolution smaller than a micron, are required for this purpose. However, the quality of the images obtained at 3 microns with our laboratory tomograph, although not perfect, will be sufficient to detect the presence of the larger of these inter-metallics. It can also be seen in Fig. 2 that pores are also present in the microstructure. To our knowledge, these pores are not frequently mentioned in the literature for ERG open cell foams. The fabrication process of these materials includes a casting step of the liquid alloy. This could lead to the formation of the observed pores. Another illustration of the type of results obtained is shown in Fig. 3 where the total population of inter-metallics in one of the high resolution reconstructed scans is shown in 3D together with the outer surface of the struts, set transparent.

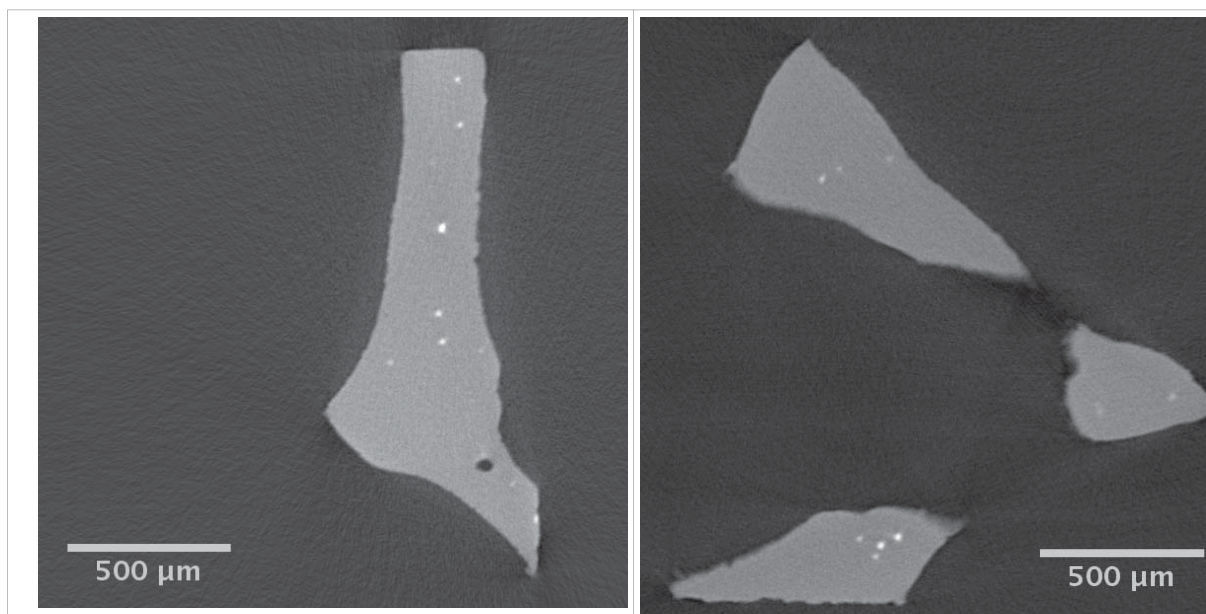


Fig. 2: Reconstructed slices at high resolution (local tomography condition) where the white inter-metallics and the black pores are detected.

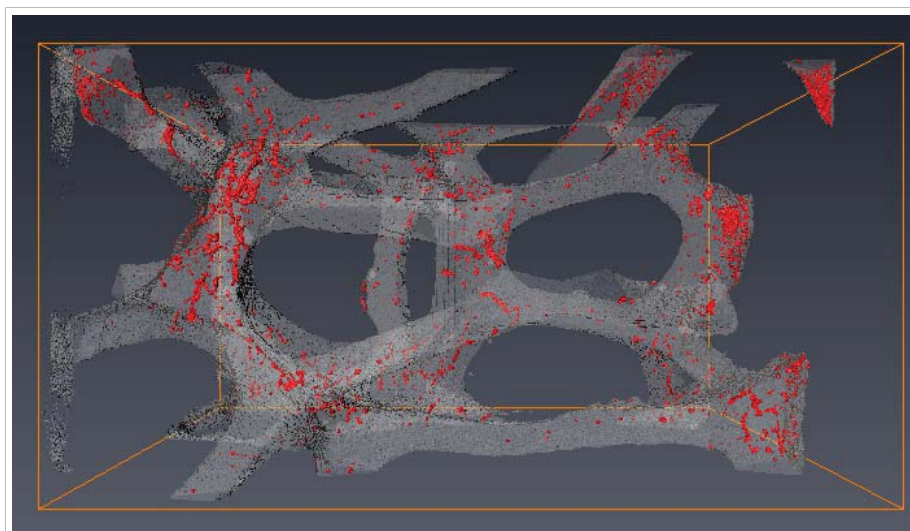
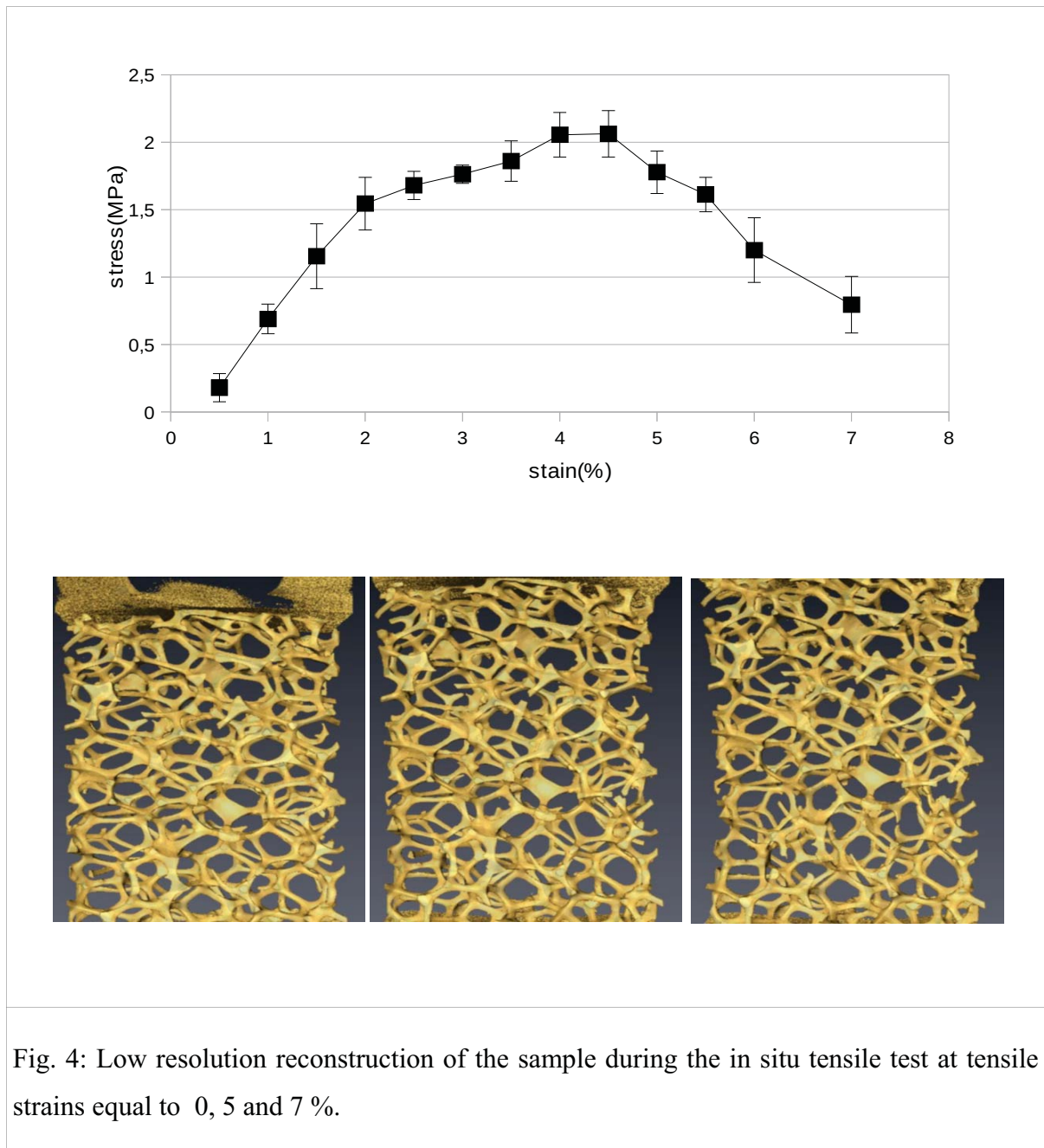


Fig. 3: 3D visualization of a full high resolution reconstructed scan showing the spatial distribution of the inter-metallics and the outer surface of the struts. The lateral size of the block is about 3 mm.

The sample was subsequently scanned in its initial state at low resolution (voxel size = 10 microns, one scan is enough to view all sample) and then pulled and scanned again at 12 different deformation stages. Figure 4 shows the tensile curve recorded during the experiment

and a selection of renderings at three selected steps: initial state, just after the peak stress, and just before fracture. The strain at which these snapshots are extracted are indicated with arrows on the tensile curve. Struts were observed to start breaking just at the peak stress of the sample. The number of broken struts progressively increased while the size of the gaps created by the struts fractured earlier continued to grow (see Fig. 5). In our experiment, we have observed that the location of the broken struts was quite localized, close to the bottom of the sample, where the final fracture takes place. We have carefully examined the microstructure away from this region and could not detect any other broken strut.



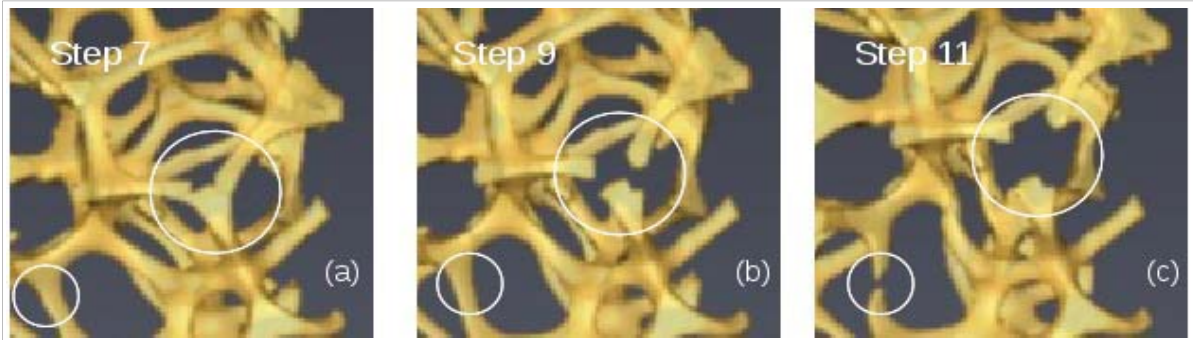


Figure 5: Detail of the fracture process showing the growth of a gap induced by the fracture of a strut (here the fracture of two struts at the same node).

FE simulation of the local stresses

The initial LXRCT image at low resolution (shown in Fig. 5) was then used as an input to create a Finite Elements (FE) mesh of the complex architecture of the full sample. This was achieved according to the procedure presented in [9]. The created mesh was composed of about 460,000 tetrahedrons. It was used to perform a calculation using the abaqusTM commercial code. In terms of boundary conditions, the nodes at the top of the model were displaced of a fixed value along the tensile direction while the nodes at the bottom were maintained in their initial position along this direction only and set free to move in the two other directions. For the sake of simplicity the calculation was performed in the elastic regime (Young's modulus and Poisson's ratio values of the solid aluminum were chosen to be 70 GPa and 0.33 respectively). This preliminary calculation was only aimed at evaluating the local values of the stresses in every location of the sample. A more complex calculation including plasticity would be required to simulate the tensile curve but this is not attempted in the present work. Fig. 6 (a) shows a contour plot of the local value of the von Mises stress calculated using the model. The regions where the sample is highly stressed can be visualized by a lighter value of the color in this rendering. Fig. 6 (b) shows as a comparison, a detailed LXRCT view of the region where the sample has broken, extracted in step 11, just before fracture. The black circles highlight locations where highly stressed struts have broken. This type of observation was anticipated because the highly stressed struts are more likely to break. The white circles however, show regions where the fracture has occurred in a strut for which the prediction of the local stress is not very high. This seems to indicate that the material could be locally weaker in the regions, leading to a premature fracture of the struts.

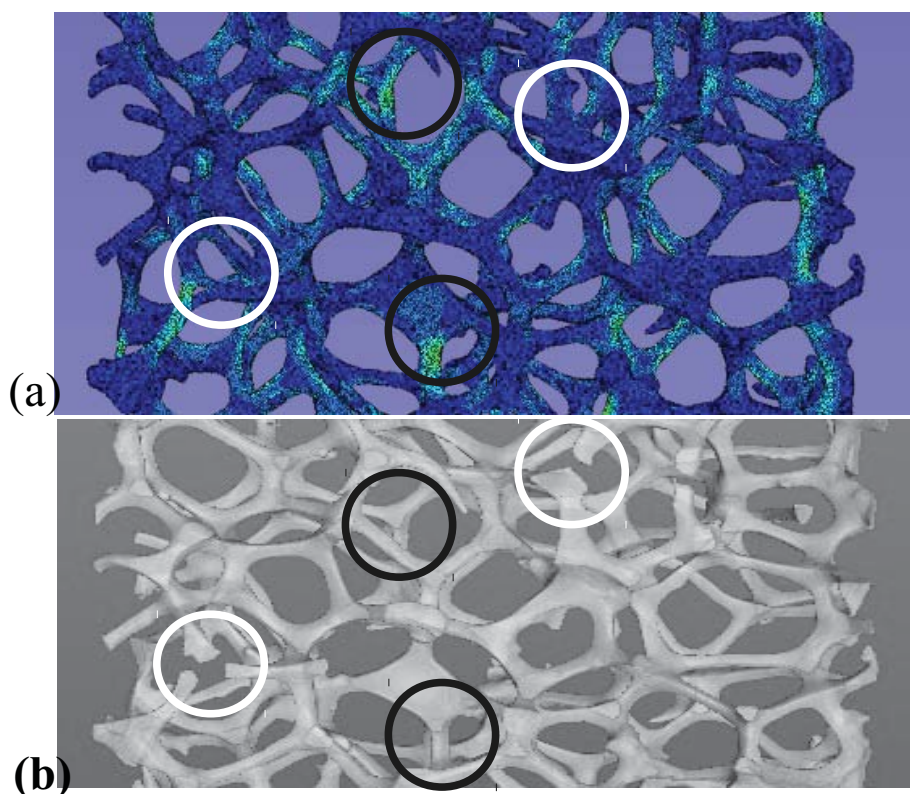


Fig. 6: Contour plot of the von Mises stress after a simulated tensile elastic strain to highlight regions where the stress is high in the model (a). Experimental observation of the broken sample (b).

Figures 7 (a) and (b) show higher magnification images of the two regions where the fracture was detected in moderately loaded struts. The figures at the top show the von Mises contour plot in the model and the bottom figures show the internal structure in these exact locations as images using the high resolution local tomography in the initial state. The bottom figures also include a low resolution 3D rendering obtained from the scan in the deformed state 11 to show how the strut broke. In the high resolution local tomography images, we have highlighted the presence of the inter-metallics in red. These are visible because the interface between air and the solid aluminum has been set transparent in the rendering. Pores can also be observed in black in these figures. It becomes clear from these results that the fracture of the moderately loaded struts can be related to the presence of pores or inter-metallics.

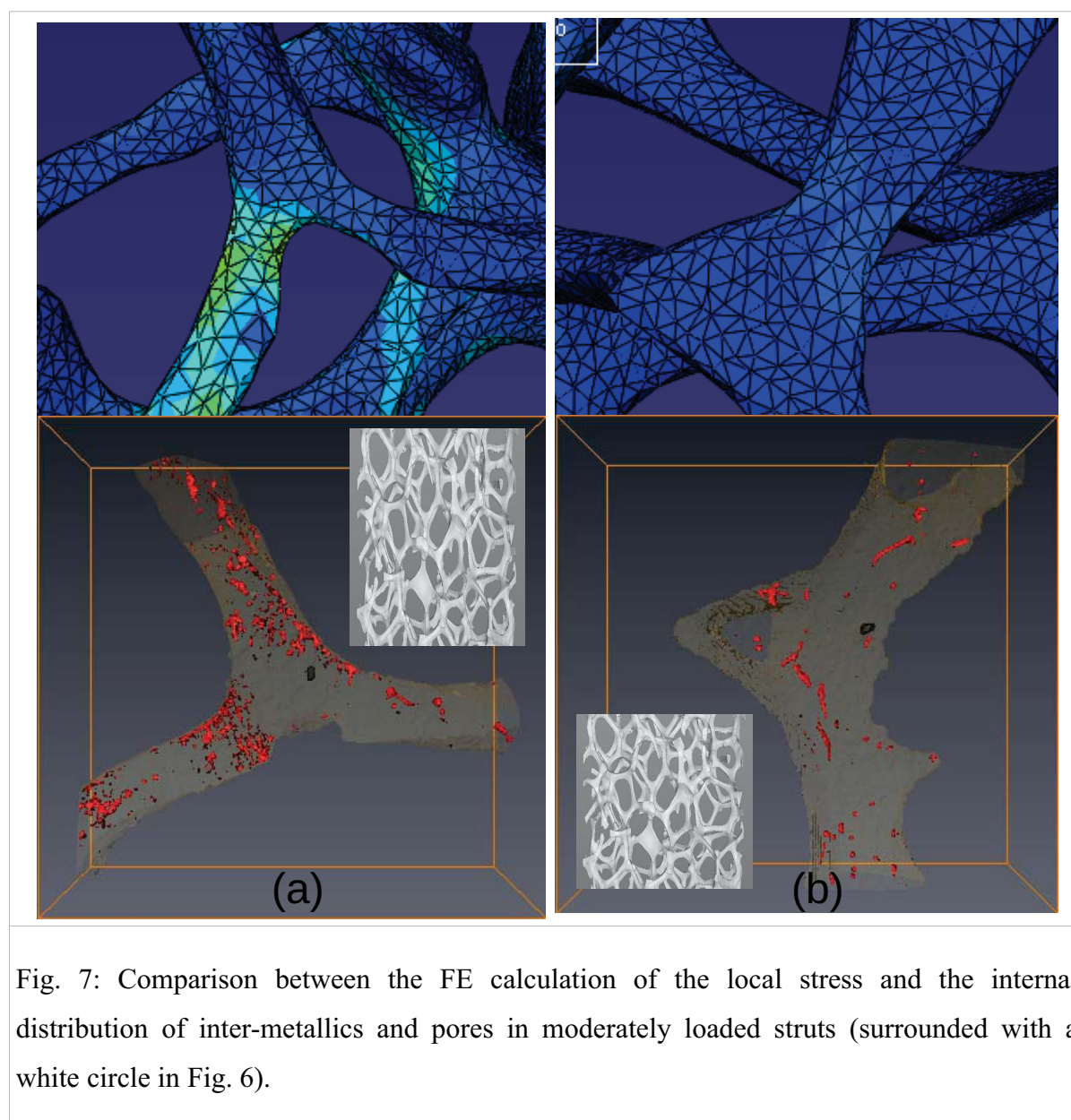


Fig. 7: Comparison between the FE calculation of the local stress and the internal distribution of inter-metallics and pores in moderately loaded struts (surrounded with a white circle in Fig. 6).

Conclusion

In this paper we have presented an experimental investigation of the microstructure of an ERG foam and its evolution during an in situ tensile test. Prior to deformation, the internal structure of the solid material constituting the foam was studied by high resolution local tomography leading to a detailed information of the location of intermetallics in the sample. We have evidenced the presence of large pores in the aluminum struts. The fracture process of the material during tension was then captured using a high number of low resolution scans

during the deformation of the foam. Fracture of the struts and opening of the so created gaps was clearly visible. The low resolution scan in the initial state was also used as input for an image-based FE calculation leading to the detection of regions where the stresses are high in the material. In the fracture zone, some of the broken struts were highly loaded while some others where much less loaded. The local tomography high resolution images in the initial state revealed the presence of large defects (pores and inter-metallics) in the moderately loaded broken struts, evidencing that the local microstructure plays a key role in the initiation of fracture.

1. L.J. Gibson, Mechanical behavior of Metallic Foams. *Annu. Rev. Mater. Sci.* **2000**, 30, 191
2. H. Bart-Smith, A.F. Bastawros, D.R. Mumm, A.G. Evans, D.J. Sypeck, and H.N.G. Wadley, *Acta mater.* **1998**, 46, 3582
3. G. Gioux, T.M. McCormack and L.J. Gibson, *Int. J. Mech. Sci.* **2000**, 42, 1097
4. B.K. Bay, T.S. Smith, D.P. Fyhrie and M. Saad, *Experimental mechanics.* **1999**, 39, 218
5. L. Helfen, T; Baumbach, H. Stanzick, J. Banhart, A. Elmoutaouakkil, P. Cloetens, K. Schladitz, *Adv. Eng. Mater.* **2002**, 4, 808
6. O.B. Olurin, M. Arnold, C. Körner, R.F. Singer, *Mat. Sc. Eng A* **2002**, 328, 334 (2002)
7. Caty O, Maire E, Douillard T, P. Bertino, R. Dejaeger, R. Bouchet, *Mater. Let.* **2009**, 63, 1131.
8. S.A. McDonald, G. Dedreuil-Monet, Y.T. Yao, A. Alderson, P.J. Withers, *Physica Status Solidi (b)* **2011**, 24845–51.10.
9. S. Youssef, E. maire and R. Gaertner, *Acta Materialia.* **2005**, 53, 719
10. O. Caty, E. Maire, S. Youssef, R. Bouchet, *Acta Materialia* **2008**, 56, 5524
11. Michailidis, F. Stergioudi, H. Omar, D. Tsipas, *Comput. Mater. Sci.* 2010, 48, 282
12. H. Toda, T. Ohgaki, K. Uesugi, M. Kobayashi, N. Kuroda, T. Kobayashi, M. Niinomi, T. Akahori, K. Makii, Y. Aruga, *Metall. Mater. Trans. A.* **2006**, 37A, 1211
13. N. Michailidis, F. Stergioudi, H. Omar, D. Papadopoulos, D.N. Tsipas, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* **2011**, 382, 124
14. A. E. Markaki, T.W. Clyne, *Acta Mater.* **2001**, 49, 1677

15. E. Amsterdam, J.Th.M. De Hosson, P.R. Onck, *Acta Mater.* **2006**, 54, 4465
16. E. Amsterdam, J.H.B. de Vries, T.Th.M. De Hosson, P.R. Onck. *Acta Mater.* **2008**, 56, 609
17. E. Amsterdam, P.R. Onck, J.Th.M. De Hosson. *Journal of Materials Science* **2005**, 40, 5813
18. E. Maire, J.C. Grenier, D. Daniel, A. Baldacci, H. Klöcker and A. Bigot. *Scripta Materialia* **2006**, 55, 123
19. G. Requena, P. Cloetens, W. Altendorfer, C. Poletti, D. Tolnai, F. Warchomicka, H.P. Degischer. *Scripta Materialia* **2009**, 61, 760
20. Z. Asghar, G. Requena, E. Boller. *Acta Materialia* **2011**, 59, 6420

4.1.2 Local tomography study of the tensile behavior of a hollow sphere stacking

T. Zhang⁽¹⁾, J. Adrien⁽¹⁾, P. Lhuissier⁽²⁾, E. Maire⁽¹⁾, L. Salvo⁽²⁾

(1) MATEIS UMR 5510, Université de Lyon St-Exupéry building, 3rd floor, 25 avenue Jean Capelle, 69621 Villeurbanne, France

(2) SIMAP/GPM2 - Grenoble University - CNRS, 101 rue de la physique BP46, 38402 Saint Martin d'Hères, France.

Abstract

Hollow Spheres random stackings exhibit simultaneously close porosity, giving them good mechanical properties, and open porosity, offering the possibility to present good acoustical properties. In this paper we studied, thanks to in situ tomography at low and high resolution, the tensile behavior of such a random hollow sphere stacking. It was found that the main mechanism responsible for the initial damage of the stacking is the inhomogeneous distribution of the shell thickness in the vicinity of the neck.

Keywords : local tomography, X-rays, hollow spheres stacking, tensile behavior, damage

Introduction

Metal foams have been extensively studied these last 15 years whatever the processing route employed since they can present some advantages in low weight multi-functional design [1,2,3]. More recently hollow sphere stackings were produced and also studied a lot because they can combine good mechanical properties, thanks to their closed porosity, and good acoustical properties, thanks to their open porosity whatever the type of stacking, might it be regular [4,5] or at random [6-8]. While the behavior under compression of these hollow sphere stackings have been extensively investigated [9-14], the tensile behavior has not been studied a lot: Lhuissier et al [15] studied the influence of the shell thickness and observed two failure modes under tensile loading: neck failure and shell-tearing. They also observed that

the Young's modulus continuously decrease during the tensile experiments indicating local damage far before the macroscopic damage leading to rupture as it has been observed in aluminum replicated foams [16]. Friedl et al. [17,18] showed that the porosity in the shell, due to the processing route, limits the macroscopic elongation but does not significantly change the stress-strain response. The aim of this paper is to present a 3D in situ tomography tensile experiment on a hollow sphere stacking in order to clarify the damage mechanism.

Materials and experimental procedure

The random hollow sphere stacking was produced by the PLANSEE company from 314 stainless steel powders and in the present paper the mean sphere diameter is 2.6mm. The other geometrical characteristics have been measured thanks to low resolution X-ray microtomography [15]: the relative density is 0.115 the mean shell thickness $53\mu\text{m}$ ($\pm 8\mu\text{m}$) and the mean contact area is approximately $750\mu\text{m}^2$ ($\pm 16\mu\text{m}^2$). We performed in situ tensile experiments with a dedicated set up that can be directly mounted on the tomograph [19]. The sample is 11mm square and is glued on the grips. During the in situ tomography tensile experiments, we take images at large voxel size ($10\mu\text{m}$) in order to have a full view of the stacking and lower voxel size ($3\mu\text{m}$) in order to have details on the shells. The tomograph was operated with a 90 kV acceleration voltage using a tungsten transmission target with a $170\mu\text{A}$ current. The spot size is about 2 microns in these conditions. The incident X-Ray beam was not filtered. The reconstruction algorithm is a standard filtered back projection implemented in a software included in the commercial package of the tomograph. At high resolution five scans in local tomography were recorded along the tensile axis. We repeated this imaging procedure at various strains until the rupture of the sample. We also performed classical tensile tests with the experimental set up presented in [15]. This allows obtaining with precision the evolution of the Young's modulus with strain by unloading. The 3D images were analyzed using the ImageJ software and home made routines that allows retrieving the volume fraction of porosity and the shell thickness distribution with 3D granulometry. Finally the low resolution 3D images of the initial state have been meshed using the actual microstructure according to the procedure described in [20] in order to perform a 3D simulation using the ABAQUSTM software assuming that the steel remains purely elastic. This was achieved in order to locate the main loaded regions on the actual random hollow sphere stacking and compare it to the experimental data.

Results and discussion

We will first present the mechanical behavior during the tensile tests and the in situ test. Then we will present the 3D characterization of the random hollow sphere stacking in the initial state at low and high resolution. Finally we will present the 3D in situ characterization at low and high resolution during the in situ test in order to identify the damage mechanisms that occur.

Figure 1 presents the stress – strain curves obtained with the classical tensile test for two samples, the in situ tensile test (points indicate where the scans have been taken at low and high resolution). It can also be seen in Figure 1 that the Young's modulus decreases with strain indicating local damage.

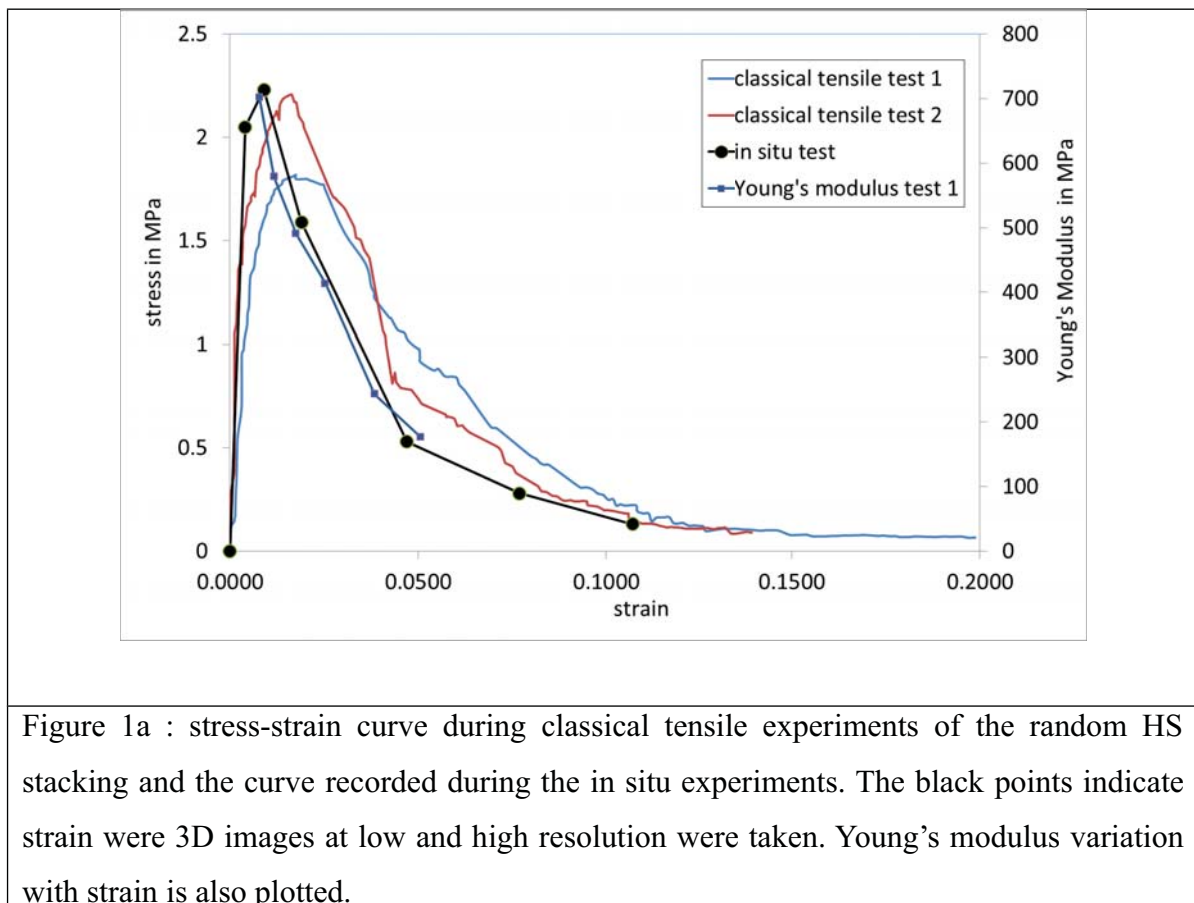
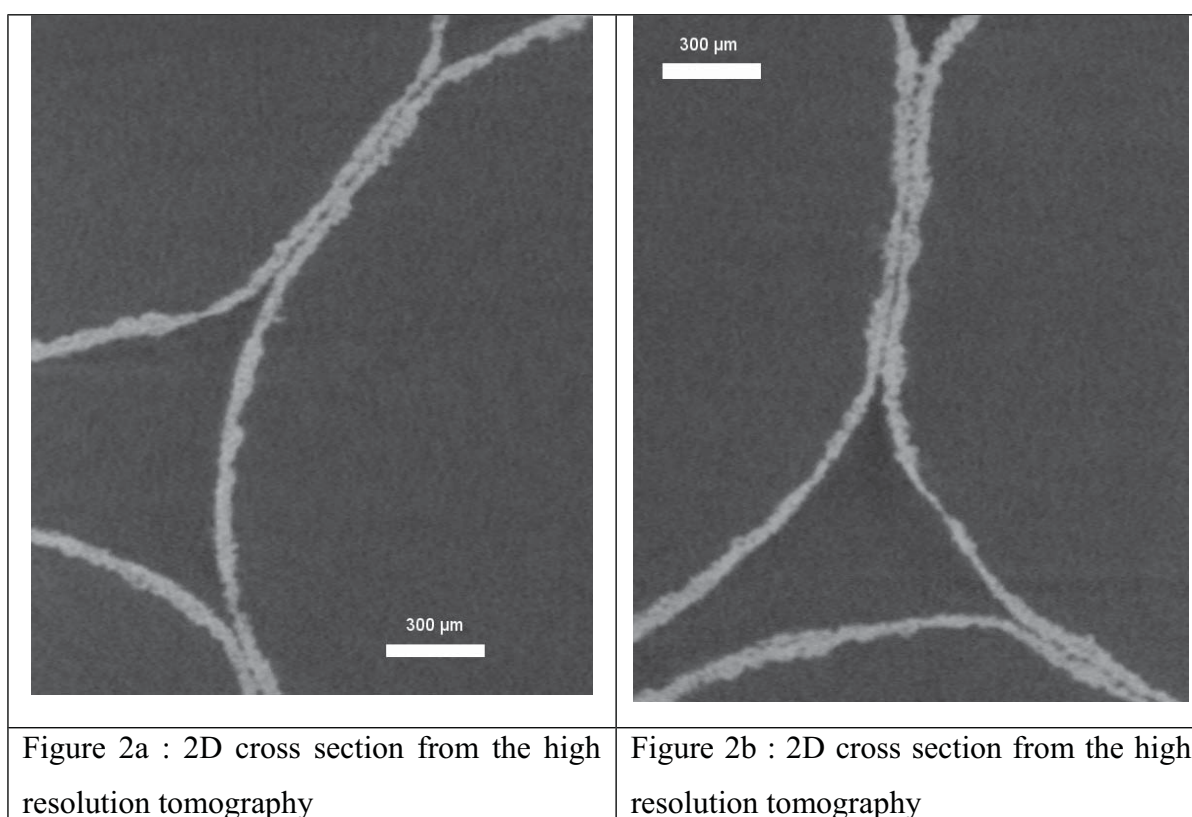


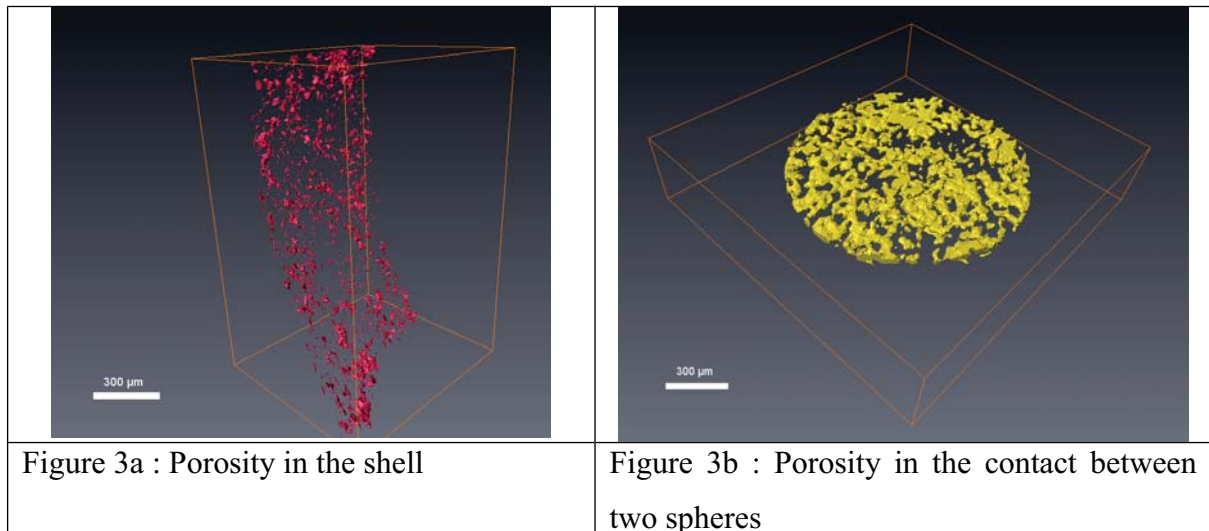
Figure 2a and Figure 2b present high resolution 2D cross section obtained in local tomography on the whole sample. It is interesting to note that while we are in local tomography the images are nice and provides relevant qualitative information on the structure

of the sphere shell and sphere-sphere contacts. Several interesting features can be observed :

- Porosities are present in the shells as expected due to the process.
- The contact area between two spheres is affected by the presence of porosities in this region indicating that the mean contact area measured at low resolution is not relevant. It seems that there is more porosity in the contacts than in the shell and it seems that this is due to an imperfect sintering of two spheres in contact with each other.
- The thickness of the shell is not constant at all and some very thin regions can be seen in various locations.



The volume fraction of pores in the shell and in the contacts between two spheres as well as the shell thickness distribution have been quantified using 3D image processing. Figure 3a and 3b present 3D renderings of pores in the shell and in the contact and their volume fraction has been estimated to approximately 5% and 15% respectively.



The 3D granulometry allows obtaining the local thickness at high resolution and thus quantify the variation of thickness in the shell. Figure 4 presents the results obtained on the 5 initial volumes at high resolution. As it can be seen the mean thickness is in accordance with what was measured previously (around 60 μm) but there is a large variation and a non negligible fraction of thickness lower than 30 μm can be found it has been noticed in figure 2a and 2b.

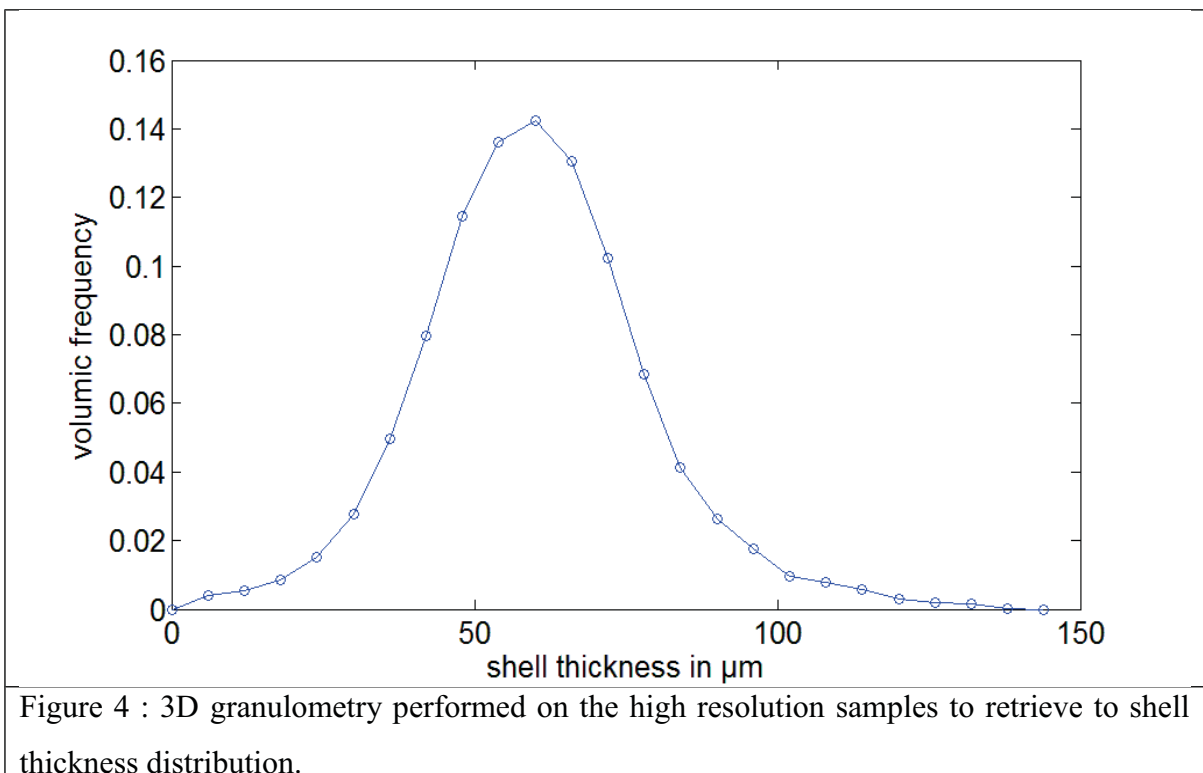


Figure 5 presents the 3D rendering at low resolution for the various strains where tomography was taken. The black arrow indicates the damage observed on state 2. It can be seen in state 3 that there is rupture near the contact area leading to disconnection of the two spheres in the state 6. The last image of figure 5 present the 3D simulation on state 0 with ABAQUS. For the sake of simplicity, in this paper, the solid has been assumed to remain elastic and the boundary conditions reproduce these of the experimental tensile test. This allows us to locate the highly loaded zone that can eventually lead to rupture. It can be seen that the zone where the rupture is marked by the black arrow is indeed highly loaded (white arrow in the FE calculation) but it can also be seen that other highly loaded zone do not lead to rupture (circles).

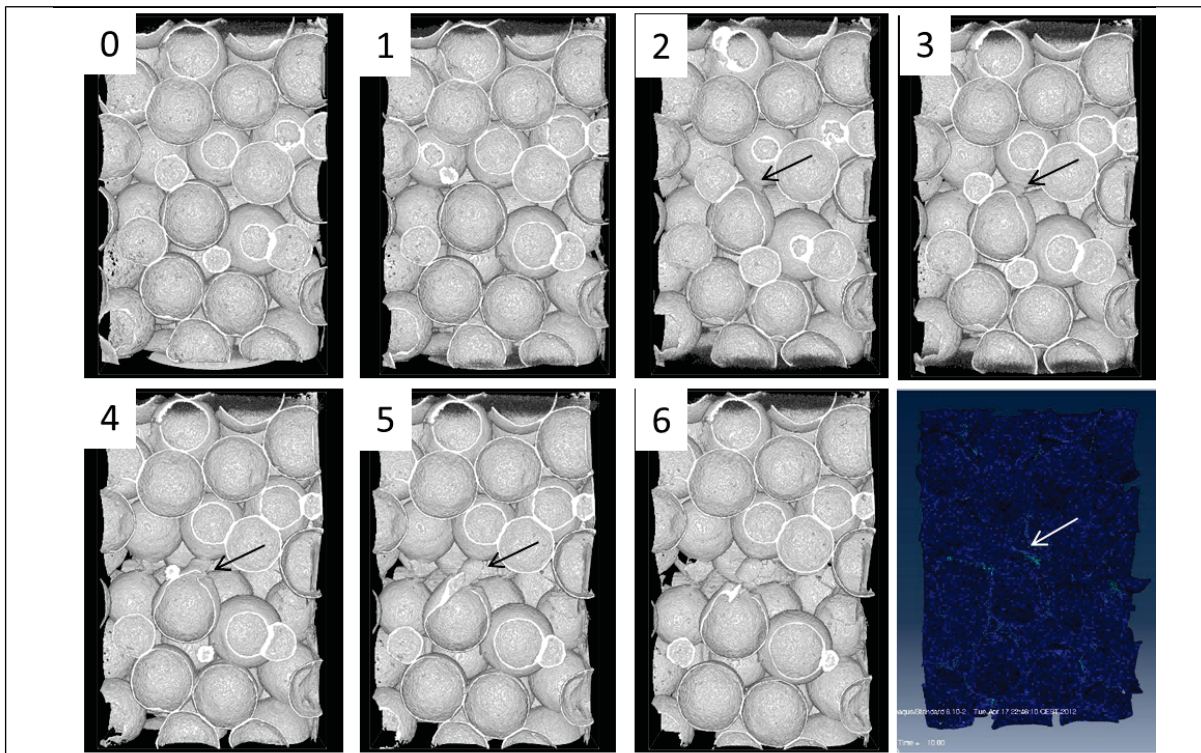
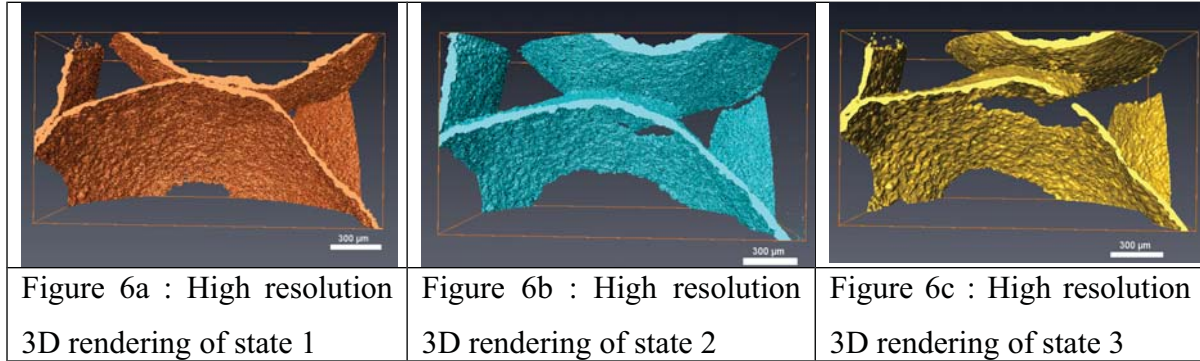


Figure 5 : 3D rendering at low resolution of the 7 scans performed at low resolution. The last image presents a 3D simulation of the tensile test with ABAQUS using state 0 as a starting microstructure for the mesh. Light colors shows high von Mises stresses.

Figure 6a to 6c present the 3D rendering at high resolution of the damage occurring from state 1 to 3. It can be seen clearly that from state 1 to 2 there is a large deformation of the neck between the spheres and rupture in the shell near the neck. The large strain observed in the neck may be due to the large amount of porosity that has been already mentionned earlier in

the paper and the rupture seems to be directly linked to the very small shell thickness in the vicinity of the neck : indeed it was found that other necks highly loaded do not undergo such rupture when the thickness of the shell was larger.



Conclusion

In this paper we have analyzed the fracture behavior of a metal hollow spheres stacking in tension by performing an in situ tensile test in a tomograph coupled with a multi-scale non destructive observation of the microstructure. The sample was observed at two different values of the resolution for each deformation step. A scan was performed at low resolution and a combination of five scans in different locations were also performed at a higher resolution in the local tomography configuration. We have shown that the high resolution information brings a new insight into the microstructure of these materials. The necks are not fully sintered and the thickness of the spheres is much more scattered than anticipated from low resolution. The deformation mechanism is strongly influenced by this heterogeneity and the necks tend to break in regions where the sphere's thickness is small.

References

- [1] Gibson L.J, Ashby M.F Cellular Solids : structure and properties. Cambridge University Press Second edition 1997, 510.
- [2] M.F. Ashby, A.G. Evans, N.A. Fleck, L.J. Gibson, J.W. Hutchinson, H.N.G. Wadley, Metal Foams: A Design Guide, Oxford, Butterworth Heinemann, 2000.
- [3] Degischer H.P, Kriszt B., Handbook of cellular metals: production, processing, applications, Wiley-VCH, 2002 - 373 pages

- [4] S. Gasser, F. Paun, Y. Bréchet. J. Acoust. Soc. Am. 117 (4), Pt. 1, April 2005.
- [5] F. Paun, S. Gasser, L. Leylekian. Aerospace Science and Technology 7 (2003) : 6317.
- [6] Öchsner A., Augustin C. : Multifunctional Metallic Hollow Sphere Structures Manufacturing, Properties and Application, Springer 2009, 257 pages
- [7] A. Fallet, P. Lhuissier, L. Salvo, C. L. Martin, A. Wiegmann, M. Kabel, Scr. Mat. under publication
- [8] W. Pannert, R. Winkler, M. Merkel. Materials Letters 63 (2009) 11211724.
- [9] W.S. Sanders, L.J. Gibson, Mater. Sci. Eng. A347 (2003) 70–85.
- [10] W.S. Sanders, L.J. Gibson, Mater. Sci. Eng. A352 (2003) 150–161.
- [11] S. Gasser, F. Paun, Y. Bréchet, Mater. Sci. Eng. A379 (2004) 240–244.
- [12] S. Gasser, F. Paun, L. Riffard, Y. Bréchet, Scripta Mater. 50 (2004) 401–405.
- [13] A. Fallet, P. Lhuissier, L. Salvo, Y. Bréchet, Adv. Eng. Mater. 10 (9) (2008).
- [14] P. Lhuissier, A. Fallet, L. Salvo, Y. Bréchet, Mater. Letters 63 (13–14) (2009) 1113–1116.
- [15] P. Lhuissier, L. Salvo, Y. Bréchet, Scripta Materialia 63 (2010) 277–280
- [16] Marchi, C. S., Despois, J.-F., & Mortensen, A. (2004). Acta Materialia, 52(10), 2895-2902.
- [17] O. Friedl, C. Motz, J. Färber, M. Stoiber, R. Pippan, Cell. Met. Polym. (2004).
- [18] O. Friedl, C. Motz, H. Peterlik, S. Puchegger, N. Reger, R. Pippan, Metall. Mater. Trans. B 39 (1) (2008) 135–146.
- [19] J.-Y. Buffiere, E. Maire, J. Adrien, J.-P. Masse and E. Boller. In Situ Experiments with X ray Tomography: An Attractive Tool for Experimental Mechanics. Experimental Mechanics Vol. 50, No. 3. (1 March 2010), pp. 289-305.
- [20] S. Youssef, E. maire and R. Gaertner, Acta Materialia. **2005**, 53, 719

Chapitre 5 : Conclusion et perspectives

Chapitre 5 : Conclusion et perspectives

L'objectif de cette thèse était d'étudier l'imagerie à plusieurs échelles par tomographie aux rayons X appliquée à la science des matériaux. Dans la mesure où la tomographie à plusieurs échelles implique de faire de la tomographie locale, nous nous sommes d'abord intéressés à l'amélioration de la reconstruction en tomographie locale. Dans un deuxième temps nous avons utilisé la tomographie multi-échelle in situ pour mieux comprendre le comportement en traction de mousses métalliques, des mousses ouvertes d'aluminium et des empilements de sphères creuses. Nous allons d'abord présenter les résultats et les perspectives concernant la méthode de reconstruction puis ensuite les résultats et les perspectives sur le comportement en traction des mousses métalliques

5.1 Reconstruction en tomographie locale

Pour la méthode de correction en tomographie locale, le principe général repose sur la prise de projections à différentes résolutions (haute et basse résolution). A haute résolution, l'information est incomplète (tomographie locale). A basse résolution, l'information est complète (reconstruction parfaite car tomographie globale) mais le pouvoir de détection des petits détails de la microstructure est moins bon. La méthode de la littérature que nous avons décidé d'implanter repose sur l'utilisation des informations complètes à basse résolution pour améliorer la reconstruction des tomographies locales. La méthode a été développée pour un faisceau parallèle uniquement et nous avons développé la méthode sous matlab de manière à la rendre facilement utilisable par d'autres personnes que ce soit sur un PC de laboratoire ou à l'ESRF si l'on veut utiliser les outils de reconstruction pyHST. Le code complet est présenté en annexe.

Nous avons dans un premier temps travaillé sur des images générées numériquement, avec un fantôme de type 'Shepp Logan' mis dans des différents environnements représentant des cas réels. Nous avons pu ainsi étudier, l'effet des différents environnements, l'effet du degré de tomographie locale, l'effet du nombre de projections.

Ensuite nous l'avons appliqué sur une acquisition matériau réel, une mousse de Titane. Les résultats obtenus sont les suivants :

1 Effet des différents environnements

Conclusion et perspectives

Avec notre outil, nous avons pu montrer que les différents environnement ont un impact notable sur la reconstruction en tomo locale. La correction permet de diminuer sensiblement l'impact de cet environnement quelque soit les cas considérés. On peut noter que plus l'environnement est absorbant, plus la correction est nécessaire.

2 Effet du degré de tomographie locale

Le degré de localité (ratio entre taille du champ de vue et de l'échantillon) a un rôle important quelque soit le type d'environnement. Nous avons pu montrer en comparant les reconstructions de tomographie locales avec l'image de départ (au moyen de l'écart quadratique moyen, EQM) que plus le degré de localité augmente, plus l'EQM augmente, ce qui montre une dégradation progressive de la reconstruction. Pour des environnements peu absorbants et des degrés de localités faibles (inférieurs à 0,3), l'effet de l'environnement peut éventuellement se négliger si l'on n'est pas trop exigeant sur la qualité de l'image. Cependant nous avons montré que la correction permet de supprimer la dégradation progressive de l'image lorsque le degré de tomographie locale diminue quelque soit le type d'environnement.

3 Effet du nombre des projections

Il peut être intéressant dans certains cas de réduire le nombre de projections, par exemple pour accélérer les temps d'acquisition, mais en général l'image reconstruite se dégrade et encore plus en tomographie locale.

4 Résultat sur la mousse Ti

Une mousse Ti a été utilisée pour tester notre méthode sur un matériau réel dans le cas d'un faisceau parallèle à l'ESRF. Cette mousse a une structure proche de l'environnement n°2 (voir figure Annexe A2) et le degré de localité est de 0,2 et 0,4. Nous avons pu montrer que la correction que nous apportons permet d'avoir une meilleure définition des porosités dans les parois, ce qui peut avérer utile pour un traitement d'image ultérieur. Ceci dit comme nous sommes dans un environnement peu absorbant, l'impact de notre correction n'est pas spectaculaire à première vue dans ce cas expérimental.

Il existe plusieurs perspectives à ce travail sur la reconstruction en tomographie locale. Tout d'abord

il serait intéressant de réaliser en faisceau parallèle des tomographies multi-résolution sur d'autres types d'échantillons représentant les autres cas que nous avons simulé. Cela est relativement simple à mettre en œuvre à l'ESRF et il est d'ailleurs prévu de mener ces expériences dans le cadre de l'ANR EDDAM. On pourra ainsi sans doute mieux mesurer l'impact de la correction sur la qualité de reconstruction dans des environnements réels mais différents. Ensuite il serait intéressant d'implanter cette méthode de correction pour un faisceau conique ce qui pourrait servir pour les tomographes de laboratoires mais aussi pour les systèmes de tomographe nano qui sont développés en faisceau parallèle : en effet le faisceau est focalisé pour réduire la taille de spot et on se retrouve alors en faisceau divergent pour avoir de la nano résolution.

5.2 Comportement en traction des mousses métalliques

Nous avons, grâce à la tomographie multirésolution au cours d'essais de traction in situ dans un tomographe de laboratoire, pu mieux comprendre le comportement en traction de mousses métalliques et notamment l'initiation de l'endommagement. Pour cela nous avons effectué des scans à haute résolution (3 μ m) en tomographie locale et basse résolution permettant en un scan d'observer tout l'échantillon (10 μ m). Dans tous ces cas, réalisé au tomographe de laboratoire, nous avons réalisé des reconstructions locales sans correction. Nous avons constaté que, comme l'environnement en tomographie locale est peu absorbant dans les cas étudiés, la qualité d'image était suffisante pour observer les phénomènes essentiels dans le domaine qui nous intéresse et que par conséquent, la correction ne se justifiait pas dans ces cas. Nous avons pu montrer que :

1. Dans le cas de la mousse d'aluminium ERG, la rupture des bras de la mousse est gouvernée par la présence d'intermétalliques uniquement visible avec des scans haute résolution. Il a pu être montré que la fraction d'intermétalliques était très variable d'une paroi à l'autre. Les calculs éléments finis menés à partir d'un maillage fidèle de la structure de la mousse obtenue à basse résolution ne permettent pas de prévoir la rupture des bras de la mousse correctement. Ceci s'explique par la non prise en compte à basse résolution de ces intermétalliques. Quand ceux ci sont considérés, notre compréhension du mécanisme de

rupture s'améliore.

2. Dans le cas de l'empilement aléatoire de sphères creuses en acier, la tomographie multi-résolution a permis de mettre en évidence une proportion non négligeable de pores notamment dans les contacts entre deux sphères. Elle a pu mettre en évidence aussi la très forte irrégularité des épaisseurs des sphères. Ces deux caractéristiques permettent de mieux comprendre pourquoi certaines parois s'endommagent et d'autres non. Là encore les calculs éléments finis sur une tomographie à basse résolution ne permettent pas de prédire les ruptures au bon endroit.

Compte tenu de ce que nous venons de voir, il semble nécessaire, pour prévoir correctement la rupture de matériaux cellulaires réels, de prendre en compte les défauts à l'échelle des parois que ce soit les pores ou des intermétalliques. Une caractéristique qui complique les choses est que ces défauts ne sont en général pas répartis de manière homogène : ceci implique de tenir compte de cette répartition hétérogène et donc de faire un calcul numérique sur une image 3D gardant cette caractéristique. Une manière de procéder est de partir des volumes obtenus à haute résolution, de réduire la taille de ces volumes tout en conservant au maximum toutes les caractéristiques des parois (pores, intermétalliques) et d'utiliser ensuite cette information au cours de calculs menés soit dans des codes de calcul par éléments finis, soit de type dynamique des particules (comme dp3D développé au SIMAP).

Références :

- [1] X-ray tomography in material science, 2000, J.Baruchel, J-Y, Buffière, E. Maire, P.Merle, G. Peix
- [2] P. Cloetens, W. Ludwig, E. Boller, et al., Quantitative phase-contrast tomography using coherent synchrotron radiation, Developments in X-Ray Tomography III, U. Bonse, ed., 2002, 4503, p.82–91.
- [3] P. Cloetens, M. Pateyron-Salomé, J.-Y. Buffière, et al., Observation of microstructure and damage in materials by phase sensitive radiography and tomography, J.Appl. Phys., 1997, 81, p. 5878-5887.
- [4] E. Maire, J.Y. Buffière, L. Salvo, et al., Application of X-ray microtomography in Materials Science, AEM, 2001, 3, n°8, p.539.
- [5] E. Maire, L. Salvo, P. Cloetens, M. DiMichiel , Tomographie à rayons X appliquée à l'étude des matériaux, Techniques de l'ingénieur, sept 2004, IN20, p.1.
- [6] J. Baruchel, J.Y. Buffiere, P. Cloetens, et al. Advances in synchrotron radiation microtomography, Scripta Materialia, July 2006, 55, Issue 1, p.41-46.
- [7] Colloque Imagerie en Science des Matériaux (2004 : St Etienne), L. Salvo, R. Mokso , P. Cloetens, et al., La tomographie X : Principe, méthodes, possibilités.
- [8] P. Cloetens, W. Ludwing, J. Baruchel et al., Holotomography : Quantitative phase tomography with micrometer resolution using hard synchrotron radiation x rays, Appl. Phys.Lett. 75.2912,1999
- [9] M. Heethoff, P. Cloetens, A comparison of synchrotron X-ray phase contrast tomography and holotomography for non-invasive investigations of the internal anatomy of mites, Soil Organisms, Volume 80(2) 2008, p.205-215
- [10] Euromat 2011 (2011 : Montpellier), P. Lhuissier, M. Scheel, M. Di Michiel, L. Salvo, E. Maire , M. Suéry, In situ ultra-fast continuous X-rays micro-tomography : application to crack propagation and to solidification.

- [11] THERMEC 2011 (1-5 Août 2011 : Québec), Ultra fast in situ X-ray micro-tomography : application to solidification of aluminium alloys, Materials Science Forum, 2012, 706-709, P.1713-1718.
- [12] L. Salvo, P. Lhuissier, M. Scheel, et al., In situ continuous X-rays micro-tomography : application to high temperature deformation of magnesium alloys and to solidification of aluminium alloys. EMRS 2011, 9-13 mai 2011, Nice
- [13] MATERIAUX 2010 (18-22 octobre 2010 : Nantes), E. Boller, P. Tafforeau, W. Ludwig, et al., Techniques d'imagerie pour la caractérisation 3D des matériaux à l'ESRF, 8p.
- [14] E. Pereiro, Grain boundary penetration in the Al/Ga system : a synchrotron radiation X-ray imaging investigation, Grenoble, 2004, 197p
- [15] D. Bellet, B. Gorges, A. Dallery, et al., A 1300 K furnace for in situ X-ray microtomography, J. Appl. Cryst. , 4336, 2003, p.366-367.
- [16] Powder Metallurgy World Congress (2004 : Vienna), A. Vagnon., J.P. Riviere, J.M. Missiaen, et al., 2004, 5, p. 415- 416.
- [17] J-Y. Buffière, E. Maire, P. Cloetens, et al. Characterisation of internal damage in a MMCp using X-ray synchrotron phase contrast microtomography, Acta Met., 1999, 5, 47, p.1613-1625.
- [18] J.A. Elliott, A.H. Windle, J.R. Hobdell, et al., In-situ deformation of an open-cell flexible polyurethane foam characterised by 3D computed microtomography, J. Mater. Sci. 2002, 37, p.1547-1555
- [19] R. Müller, S. C. Gerber, W. C. Hayes, Micro-compression: a novel technique for the nondestructive assessment of local bone failure, Technology and Health Care, 1998, 6, p.433-444.
- [20] J-Y. Buffière, S. Savelli, P.H. Jouneau, et al., Experimental study of porosity and its relation to fatigue mechanisms of model Al–Si7–Mg0.3 cast Al alloys, Materials Science and Engineering: A, 2001, 316, p.115-126.

- [21] G. Viggiani, N. Lenoir, P. Bésuelle, et al., X-ray micro tomography for studying localized deformation in fine-grained geomaterials under triaxial compression, *C. R. Mécanique*, 2004, 332, p.819-826
- [22] P. Lhuissier, L. Salvo, Y. Brechet, Sintered hollow spheres: Random stacking behaviour under uniaxial tensile loading, *Scripta Materialia*, 2010, 6, 3, p.277-280
- [23] HIRIYANNAIAH H.P, X-ray Computed tomography for Medical imaging, *IEEE signal Processing magazine*, 1997,3, p.42-49.
- [24] GRANGEAT P, Jean-Louis Amans, Three-dimensional image reconstruction in radiology and nuclear medicine, Boston, 1996, 315p
- [25] NATTERER F, Numerical methods in tomography, *Acta-numerica*, 1999, 8, P.107-41
- [26] Journée de synthèse imagerie bio-médicale(1985 : Grenoble), AMANS J.L., CAMPAGNOLO R.E., GARDERET P., Imagerie médicale : méthodes de reconstruction et techniques instrumentales
- [27] CENSOR Y., Finite series-expansion reconstruction methods, *Proceeding of the IEEE*, 1983, 3, 71, p.409-419.
- [28] LEWITT R.M., Reconstruction algorithms: transform methods, *Proceeding of the IEEE*, 1983, 3, 71, p.309-408.
- [29] Weitkamp, T., In-line phase contrast in synchrotron-radiation microradiography and tomography, *Proc. SPIE*, 2002, 4503, p.92–102.
- [30] IEEE Press(1987 : New York), A.C. Kak and M. Slaney, Principles of Computerized Tomographic Imaging.
- [31] A. Faridani, K.A. Buglione, P. Huabsomboon, et al. Introduction to local tomography, *Contemporary Mathematics*, 2001, p.29–47.
- [32] R. M. Lewitt and R. H. T. Bates, Image reconstruction from projections, II Modified back-projection methods,*Optik Stuttgart*, 1978, 50, p.85-109.

- [33] S. L. R. Gea, W. F. Decraemer, and J. J. J. Dirckx, Region of interest micro-CT of the middle ear: a practical approach J. X-Ray Sci. Technol, 2005, 13, p.137-147.
- [34] Dix-septième colloque GRETST(13-17 sep 1999 : Vannes), S. Bonnet, F. Peyrin, R. Prost, Tomographie 2D locale en géométrie divergente par une approche ondelettes non séparables
- [35] A.H. Delaney and Y. Bresler, Multiresolution tomographic reconstruction using walelets, IEEE Transactions on image processing, 1995, 4(6), p.799-813.
- [36] F.Rashid-Farroki, K.J.R. Liu, C.A. Berenstein, and D. Walnut, Wavelet-based multiresolution local tomography, IEEE Transactions on Image Processing, 1997, 6, p.1412-1430.
- [37] O. Nalcioglu, Z. H. Cho, and R. Y. Lou, Limited field of view reconstruction in computerized tomography, IEEE Trans. Nucl. Sci. 1979, NS-26, p.546-551.
- [38] A. R. Kalukin, D. T. Keane, and W. G. Roberge, Region-of-interest microtomography for component inspection , IEEE Trans. Nucl. Sci, 1999, 46, p.31-46.
- [39] K. T. Smith and F. Keinert, Mathematical Foundations of Computed Tomography, Appl. Opt. 1985, 24, p.3950-3957.
- [40] International Meeting on Fully Three-Dimensional Image Reconstruction in Radiology and Nuclear Medicine (July 1995 : Aix les Bains, France), S. Azevedo, P. Rizo, and P. Grangeat, Region-of-interest cone-beam computed tomography, p.381–385.
- [41] Xiao, X., De Carlo, F., Stock, S., Practical error estimation in zoom-in and truncated tomography reconstructions. Review of Scientific Instruments, 2007, 78, 063705, 7p.
- [42] Kyrieleis, A., Titarenko, V., Ibison, M., et al. Region of interest tomography using filtered backprojection: assessing the practical limits, Journal of Microscopy, 2011, 241, p.69–82.
- [43] V. Kaftandjian, G. Peix, D. Babot, and F. Peyrin, High-Resolution X-Ray Computed Tomography Using a Solid-State Linear Detector, JOURNAL OF X-RAY SCIENCE AND TECHNOLOGY, 1996, 6, p.94–106.

- [44] T. Olson, Optimal time-frequency projections for localized tomography, in : Wavelets in medicine and biology, A. Aldroubi and M. Unser(eds.), CRC press, Boca Raton, 1996
- [45] T. Olson and J. DeStefano, Wavelet Localisation of the Radon Transform, IEEE Trans. Signal Process, 1994, 42, p.2055-2067.
- [46] S. Youssef, E. Maire, R. Gaertner, Finite element modelling of the actual structure of cellular materials determined by X-ray tomography, Acta Materialia, 2005, 53, p.719-730.
- [47] P.C. Carman, Flow of Gases through Porous Media, Butterworth Scientific, London, 1956, p.11–13.
- [48] K.M. Hurysz, J.L. Clark, A.R. Nagel, C.U. Hardwicke, K.J. Lee, J.K. Cochran, T.H.Sanders, Jr., in: D.S. Schwartz, et al. (Eds.), Porous and Cellular Materials for Structural Applications, Materials Research Society, Warrendale, Pennsylvania, 1998, p.191
- [49] O. Andersen, U. Waag, L. Schneider, G. Stephani, B. Kieback, Novel metallic hollow sphere structures: processing and properties, Proceedings of Int. Confon Metal Foams and Porous Metal structures, Breme 14-16 juin 1999, p183-188.
- [50] H. Göhler, P. Löthman, U. Waag, et al., 2nd International Conference on Cellular Metals and Metal Foaming Technology, MIT Verlag 2001. Banhart J., Ashby M.F., Fleck N.A. Brême (Germany), 18-20 June 2001, p391-396
- [51] Ashby M.F., Evans A.G., Fleck N.A., et al. Metal foam : a design guide, Butterwoth Heinemann, 2000, 251 p.
- [52] Aly, M. S., Effect of pore size on the tensile behavior of open-cell Ti foams: Experimental results, Materials Letters, 2001, 64, 8, p.935-937.
- [53] Aly, M. S., Tensile properties of open-cell nickel foams. Materials & Design, 2001, 31, 4, p.2237-2240.
- [54] Andrews, E., & Gibson, L., The influence of crack-like defects on the tensile strength of an open-cell aluminum foam, Scripta Materialia, 2001, 44, 7, p.1005-1010.
- [55] Andrews, E., Sanders, W., & Gibson, L., Compressive and tensile behaviour of aluminum foams, Materials Science and Engineering: A, 1999, 270, 2 , p.113-124.

- [56] Curran Dave : <http://www.msm.cam.ac.uk/mmc/people/old/dave/dave.html>
- [57] Degischer H.P, Kriszt B., Handbook of cellular metals: production, processing, applications, Wiley-VCH, 2002, 373p.
- [58] Dillard, T., N'guyen, F., Maire, E., et al., 3D quantitative image analysis of open-cell nickel foams under tension and compression loading using X-ray microtomography, Philosophical Magazine, 2005, 85, 19, p.2147-2175.
- [59] Gibson L.J, Ashby M.F Cellular Solids : structure and properties, Cambridge University Press Second edition 1997, 510 p.
- [60] Goodall, R., Conde, Y., Muller, R., et al., Uniaxial Deformation of Microcellular Metals: Model Systems and Simplified Analysis. Dans H. Zhao, & N. A. Fleck (Éds.), IUTAM Symposium on Mechanical Properties of Cellular Materials, Springer Netherlands, 2009, 12, p.1-8
- [61] Lhuissier, P., Fallet, A., Salvo, L., & Brechet, Y., Quasistatic mechanical behaviour of stainless steel hollow sphere foam: Macroscopic properties and damage mechanisms followed by X-ray tomography, Materials Letters, 2009, 63, 13-14, p.1113-1116.
- [62] Lhuissier, P., Salvo, L., & Brechet, Y., Sintered hollow spheres: Random stacking behaviour under uniaxial tensile loading, Scripta Materialia, 2010, 63, 3 , p.277-280.
- [63] Marchi, C. S., Despois, J.-F., & Mortensen, A., Uniaxial deformation of open-cell aluminum foam: the role of internal damage, Acta Materialia, 2004, 52, 10, p.2895-2902.
- [64] Marmottant A., Structure et propriétés de mousses d'aluminium élaborées par replication de préformes de sel, Grenoble, 2006, 262 p.
- [65] Öchsner A., Augustin C., Multifunctional Metallic Hollow Sphere Structures Manufacturing, Properties and Application, Springer, 2009, 257 p.
- [66] Ohgaki, T., Toda, H., Kobayashi, et al., In situ observations of compressive behaviour of aluminium foams by local tomography using high-resolution X-rays, Philosophical Magazine, 2006, 86, 28, p.4417-4438.


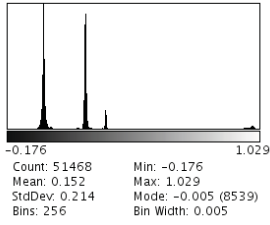

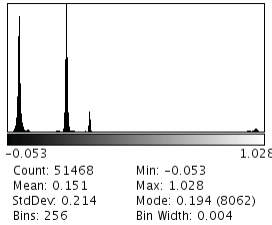

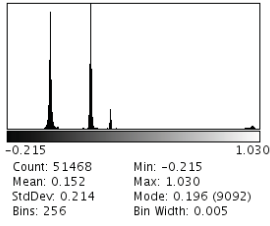

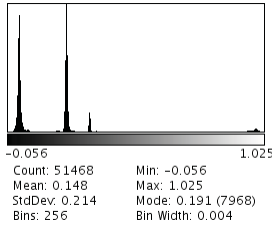

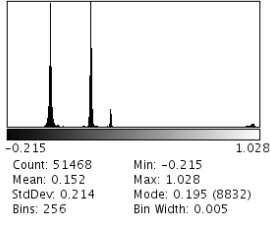

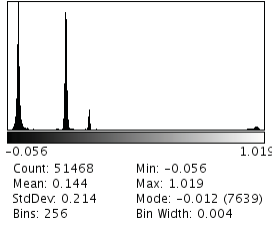

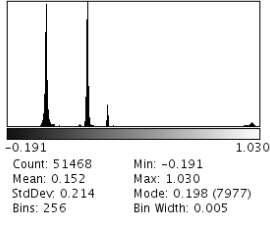

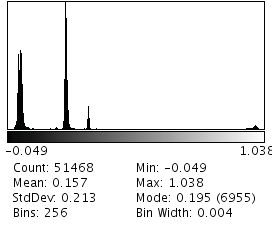
- [67] Olurin, O., Fleck, N., Ashby, M., Deformation and fracture of aluminium foams, *Materials Science and Engineering: A*, 2000, 291, 1-2, p.136-146.
- [68] Tuncer, N., Arslan, G., Maire, E., Salvo, L., Influence of cell aspect ratio on architecture and compressive strength of titanium foams, *Materials Science and Engineering: A*, 2011, 528, 24, p.7368-7374.
- [69] M. Bram, C. Stiller, High-Porosity Titanium, Stainless Steel, and Superalloy Parts, *Adv. Eng. Mater.*, 2000, 2, p.196–199.
- [70] C.E. Wen, Y. Yamada, K. Shimojima, et al., Processing and mechanical properties of autogenous titanium implant materials, *J. Mater.Sci.*, 2002, 13, p.397–401.
- [71] M. Takemoto, S. Fujibayashi, M. Neo, et al., Mechanical properties and osteoconductivity of porous bioactive titanium, *Bioma-terials*, 2005, 26, p.6014–6023.
- [72] T. Imwinkelried, Mechanical properties of open-pore titanium foam, *J. Biomed. Mater. Res.*, 2007, A, p.964–970.
- [73] Z. Esen, S. Bor, Processing of titanium foams using magnesium spacer particles, *Scripta Mater.*, 2007, 56, p.341–344.
- [74] L.P. Lefebvre, E. Baril, Effect of Oxygen Concentration and Distribution on the Compression Properties on Titanium Foams, *Adv. Eng. Mater.*, 2008, 10, 9, p.868–876.
- [75] London Imperial College Press (2004 : London), A.W. Batchelor, M. Chandrasekaran, *Orthopaedic Prostheses in Service Charac-teristics of Biomedical Materials and Implants*.
- [76] Wenjuan Niu, Chengguang Bai, GuiBao Qiu, et al., Processing and properties of porous titanium using space holder technique, *Materials Science and Engineering: A*, 2009, 4, 25, p.148-151.
- [77] N. Tuncer, G. Arslan, E. Maire, L. Salvo, Investigation of spacer size effect on architecture and mechanical properties of porous titanium, *Materials Science and Engineering: A*, 2011, 530, p.633-642.
- [78] *Porous and Cellular Materials for Structural Applications*, Materials Research Society, Warrendale, Pennsylvania, 1998, K.M. Hurysz, J.L. Clark, A.R. Nagel, et al., p.191.

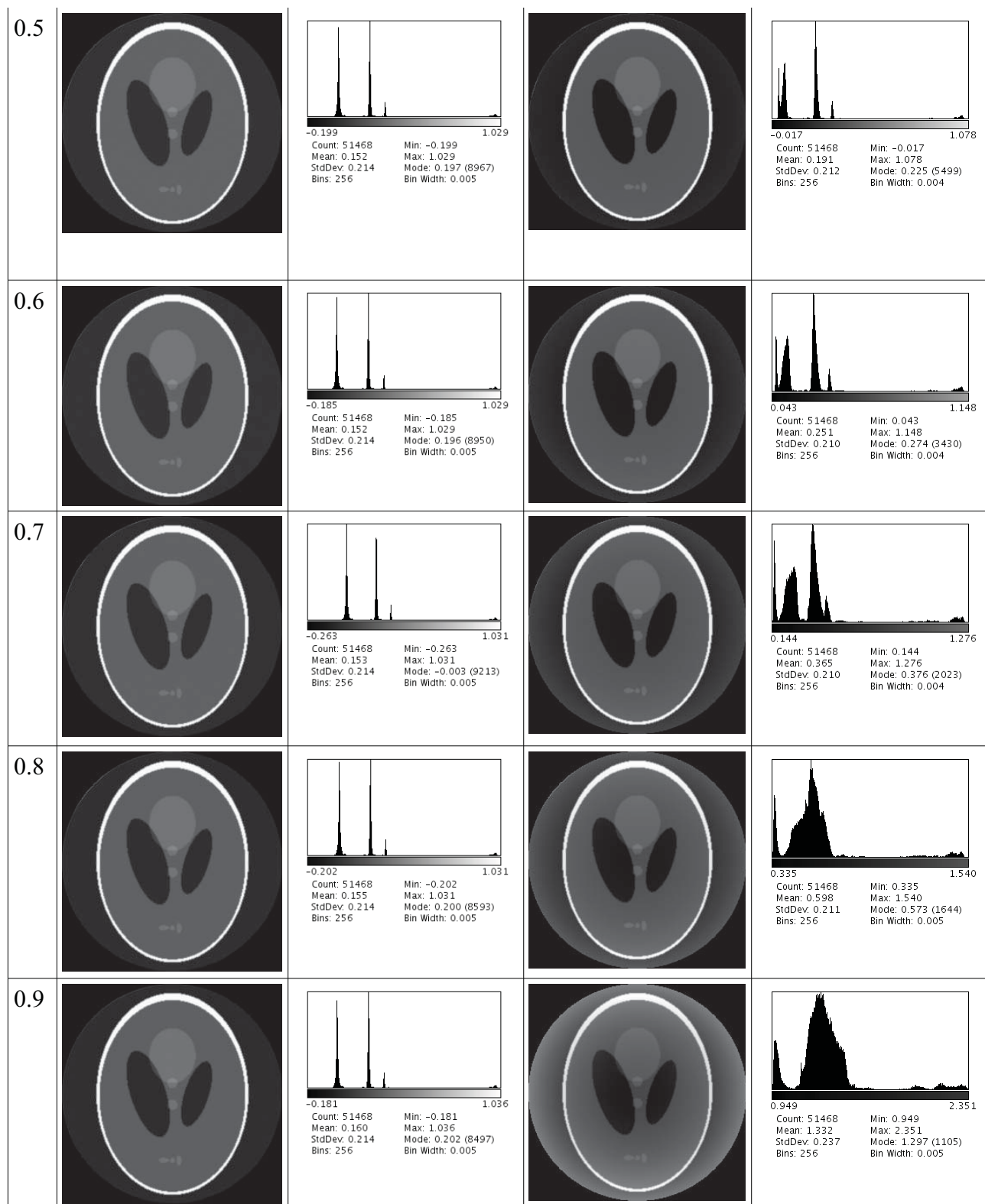
- [79] Conf on Metal Foams and Porous Metal structures(14-16 juin 1999 : Breme), Andersen, U. Waag, L. Schneider, et al., Proceedings, p.183
- [80] 2nd InternationalConference on Cellular Metals and Metal Foaming Technology, MIT Verlag 2001, (18-20 June 2001 : Germany), H. Göhler, P. Löthman, U. Waag, H. Schneidereit, E. Bernhard, p.391-396
- [81] A.Ochsner, C. augustin, Multifunctionnal hollow sphere structure, Springer, 2009, p.259.
- [82] P. Babin,G. Della.valle, H.Chiron, et al., Fast X-ray tomograpy analysis of bubble growth and foam setting during breadmaking, J Cereal Sci, 2006, 43, 3, p.393-397.
- [83] S.Blacher, A. Léonard, B. Heinrichs, et al. Image analysis of X-ray microtomogrames of Pd-Ag/SiO₂ xerogel catalysts supported in Al₂O₃ foams, Colloids and Surface A, 2004, 241, p.201-206.
- [84] S. Youssef, E. maire and R. Gaertner, Finite element modelling of the actual structure of cellular materials determined by X ray tomography, Acta Materialia, 2005(2), 53, 3, p.719-730.

Annexe

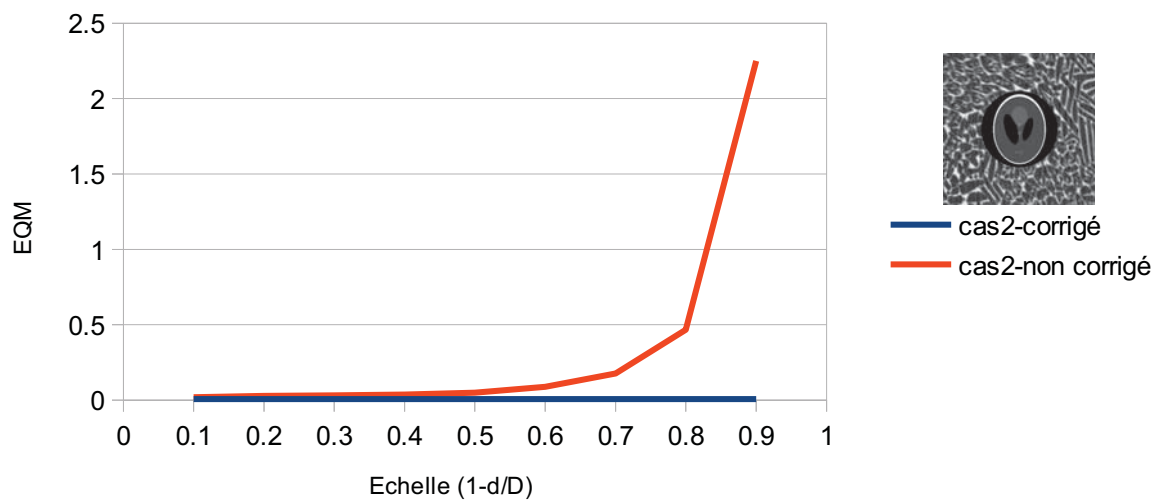
Annexe

A1 : Les reconstruction avec la correction et sans la correction et ses histogrammes avec le paramètre localité 1-d/D : 0,1-0,9 sur le cas 2

	corrigé	histogramme	Non corrigé	histogramme
0.1		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.176 Max: 1.029 Mode: -0.005 (8539) Bin Width: 0.005		 Count: 51468 Mean: 0.151 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.053 Max: 1.028 Mode: 0.194 (8062) Bin Width: 0.004
0.2		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.215 Max: 1.030 Mode: 0.196 (9092) Bin Width: 0.005		 Count: 51468 Mean: 0.148 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.056 Max: 1.025 Mode: 0.191 (7968) Bin Width: 0.004
0.3		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.215 Max: 1.028 Mode: 0.195 (8832) Bin Width: 0.005		 Count: 51468 Mean: 0.144 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.056 Max: 1.019 Mode: -0.012 (7639) Bin Width: 0.004
0.4		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.191 Max: 1.030 Mode: 0.198 (7977) Bin Width: 0.005		 Count: 51468 Mean: 0.157 StdDev: 0.213 Bins: 256 Min: -0.049 Max: 1.038 Mode: 0.195 (6955) Bin Width: 0.004


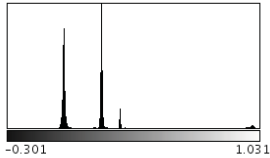

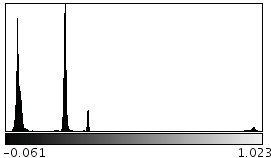

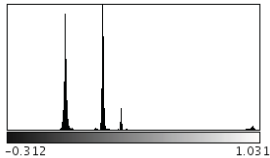

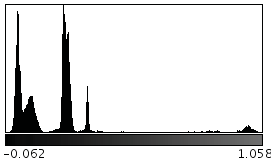

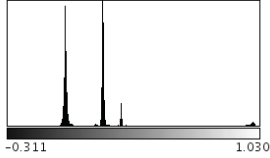

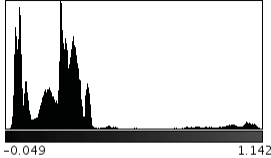

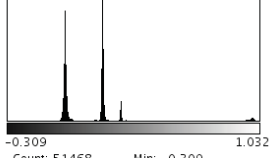

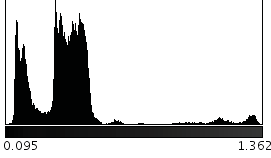

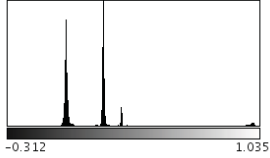

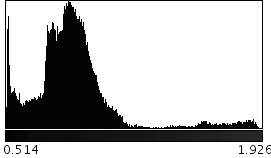


Annexe

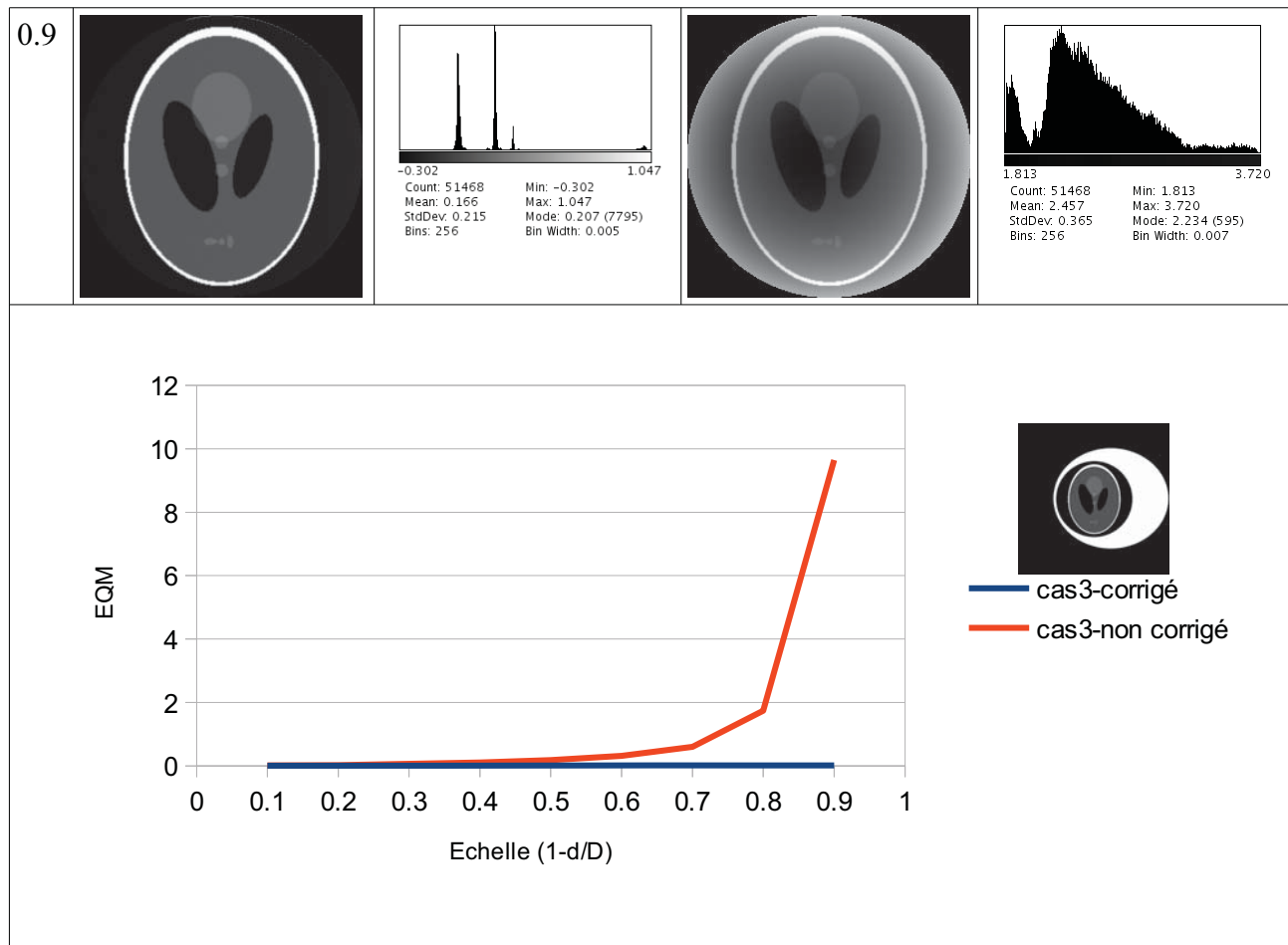


A2 : Les reconstruction avec la correction et sans la correction et ses histogrammes avec le paramètre localité 1-d/D : 0,1-0,9 sur le cas 3

	corrige	histogramme	Non corrige	histogramme
0.1		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.215 Bins: 256 Min: -0.312 Max: 1.027 Mode: 0.198 (8836) Bin Width: 0.005		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.053 Max: 1.027 Mode: -0.004 (8620) Bin Width: 0.004
0.2		 Count: 51468 Mean: 0.151 StdDev: 0.215 Bins: 256 Min: -0.309 Max: 1.028 Mode: 0.195 (9836) Bin Width: 0.005		 Count: 51468 Mean: 0.150 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.055 Max: 1.025 Mode: -0.006 (8236) Bin Width: 0.004
0.3		 Count: 51468 Mean: 0.151 StdDev: 0.215 Bins: 256 Min: -0.302 Max: 1.030 Mode: 0.195 (9423) Bin Width: 0.005		 Count: 51468 Mean: 0.147 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.056 Max: 1.024 Mode: 0.191 (8067) Bin Width: 0.004

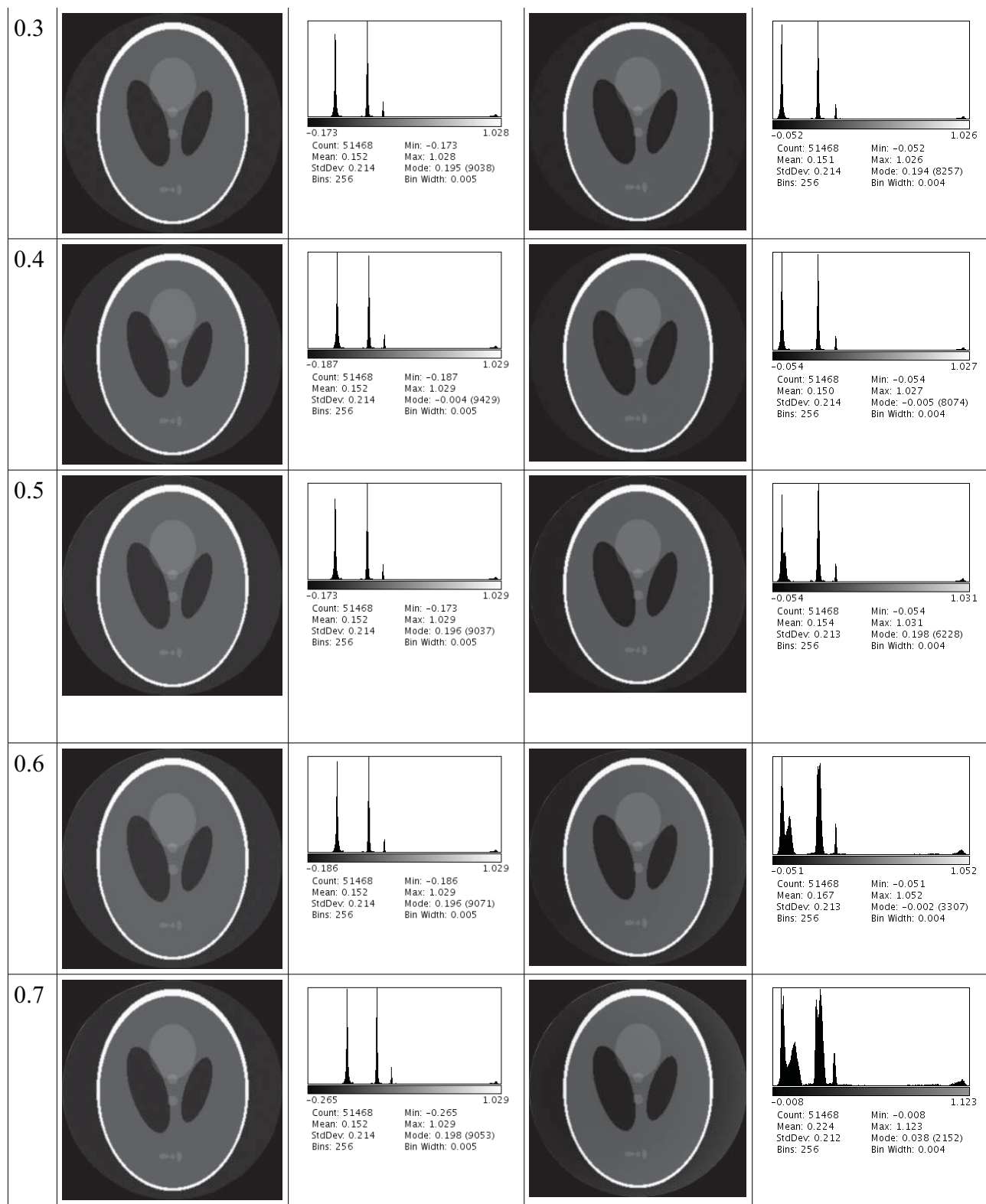
0.4		 Count: 51468 Mean: 0.151 StdDev: 0.215 Bins: 256 Min: -0.301 Max: 1.031 Mode: 0.196 (9677) Bin Width: 0.005		 Count: 51468 Mean: 0.146 StdDev: 0.213 Bins: 256 Min: -0.061 Max: 1.023 Mode: 0.191 (6527) Bin Width: 0.004
0.5		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.216 Bins: 256 Min: -0.312 Max: 1.031 Mode: 0.194 (8689) Bin Width: 0.005		 Count: 51468 Mean: 0.163 StdDev: 0.212 Bins: 256 Min: -0.062 Max: 1.058 Mode: 0.189 (2760) Bin Width: 0.004
0.6		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.216 Bins: 256 Min: -0.311 Max: 1.030 Mode: 0.194 (8351) Bin Width: 0.005		 Count: 51468 Mean: 0.216 StdDev: 0.216 Bins: 256 Min: -0.049 Max: 1.142 Mode: 0.204 (1569) Bin Width: 0.005
0.7		 Count: 51468 Mean: 0.153 StdDev: 0.216 Bins: 256 Min: -0.309 Max: 1.032 Mode: 0.196 (9141) Bin Width: 0.005		 Count: 51468 Mean: 0.402 StdDev: 0.223 Bins: 256 Min: 0.095 Max: 1.362 Mode: 0.340 (1217) Bin Width: 0.005
0.8		 Count: 51468 Mean: 0.156 StdDev: 0.215 Bins: 256 Min: -0.312 Max: 1.035 Mode: 0.201 (9079) Bin Width: 0.005		 Count: 51468 Mean: 0.885 StdDev: 0.245 Bins: 256 Min: 0.514 Max: 1.926 Mode: 0.859 (863) Bin Width: 0.006

Annexe

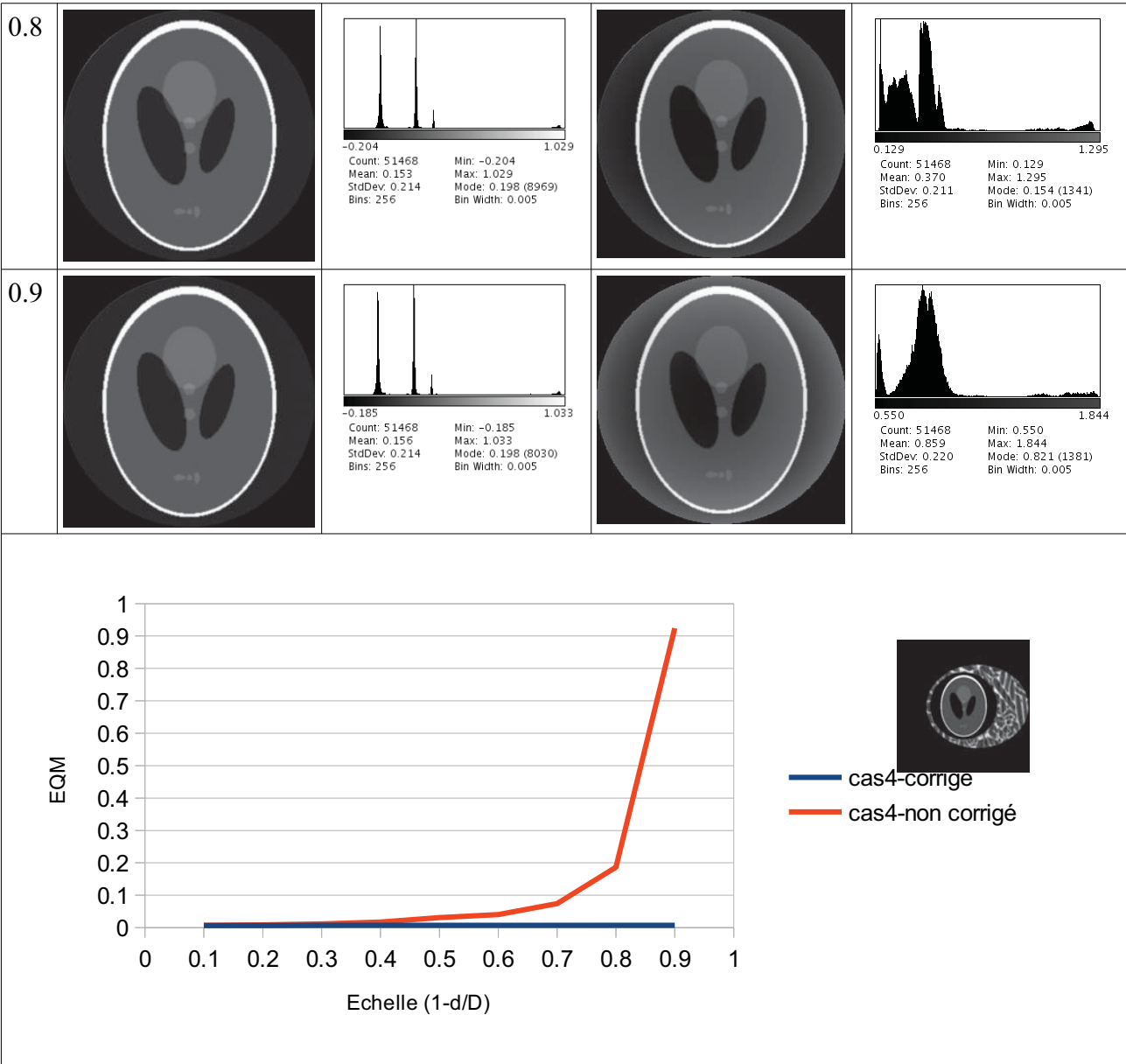


A3 : Les reconstruction avec la correction et sans la correction et ses histogrammes avec le paramètre localité 1-d/D : 0,1-0,9 sur le cas 4


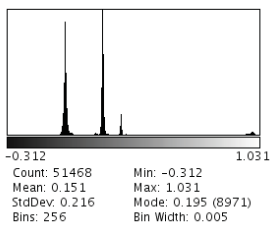

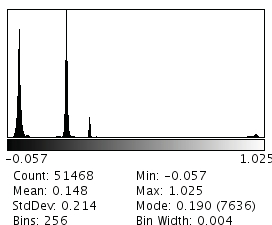

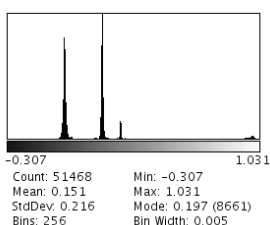

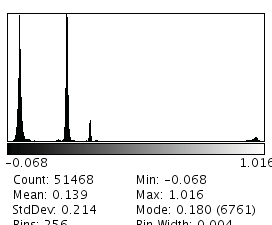

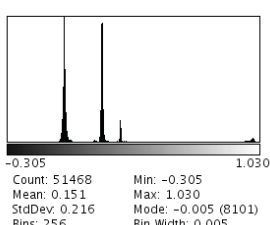

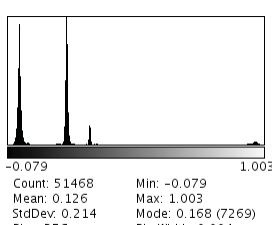
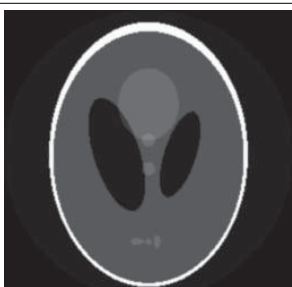
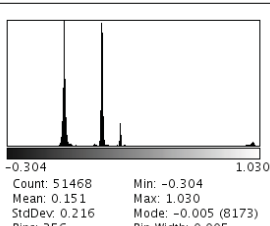
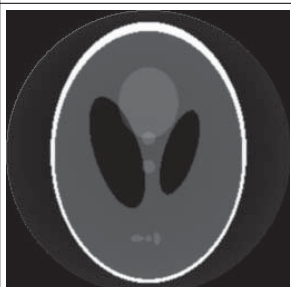
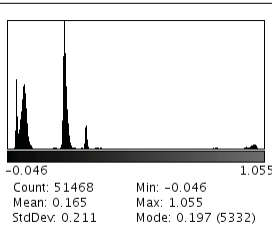
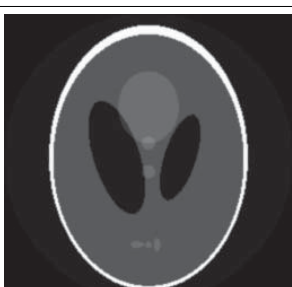
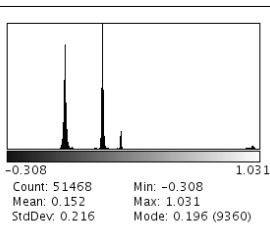

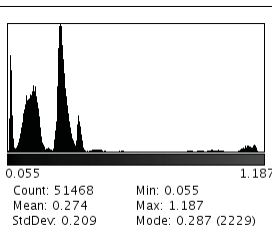
	corrige	histogramme	Non corrige	histogramme
0.1		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.173 Max: 1.028 Mode: 0.195 (9133) Bin Width: 0.005		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.051 Max: 1.028 Mode: 0.196 (8393) Bin Width: 0.004
0.2		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.155 Max: 1.028 Mode: -0.005 (9384) Bin Width: 0.005		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.050 Max: 1.028 Mode: 0.196 (8259) Bin Width: 0.004




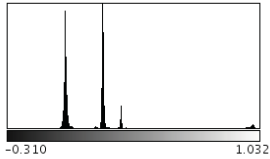

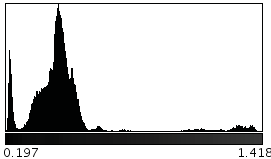

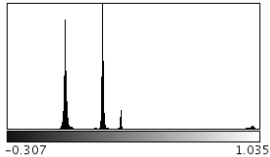

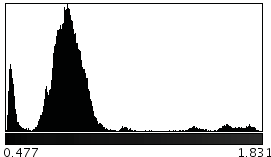

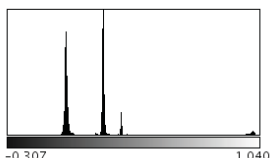

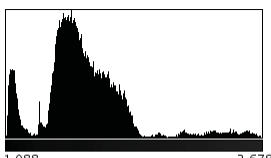

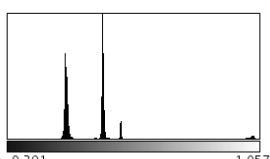

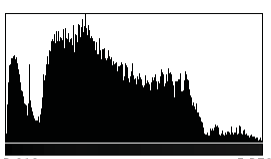
Annexe

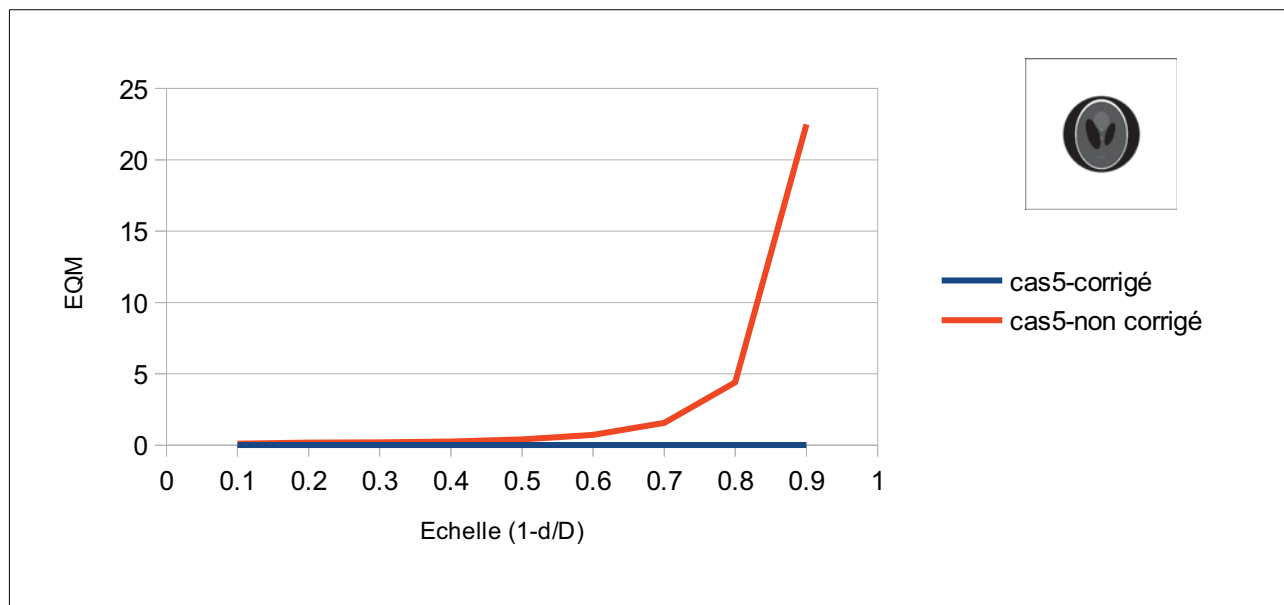


A4 : Les reconstruction avec la correction et sans la correction et ses histogrammes avec le paramètre localité 1-d/D : 0,1-0,9 sur le cas 5

	corrigé	histogramme	Non corrigé	histogramme
0.1		 Count: 51468 Mean: 0.151 StdDev: 0.216 Bins: 256 Min: -0.312 Max: 1.031 Mode: 0.195 (8971) Bin Width: 0.005		 Count: 51468 Mean: 0.148 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.057 Max: 1.025 Mode: 0.190 (7636) Bin Width: 0.004
0.2		 Count: 51468 Mean: 0.151 StdDev: 0.216 Bins: 256 Min: -0.307 Max: 1.031 Mode: 0.197 (8661) Bin Width: 0.005		 Count: 51468 Mean: 0.139 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.068 Max: 1.016 Mode: 0.180 (6761) Bin Width: 0.004
0.3		 Count: 51468 Mean: 0.151 StdDev: 0.216 Bins: 256 Min: -0.305 Max: 1.030 Mode: -0.005 (8101) Bin Width: 0.005		 Count: 51468 Mean: 0.126 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.079 Max: 1.003 Mode: 0.168 (7269) Bin Width: 0.004
0.4		 Count: 51468 Mean: 0.151 StdDev: 0.216 Bins: 256 Min: -0.304 Max: 1.030 Mode: -0.005 (8173) Bin Width: 0.005		 Count: 51468 Mean: 0.165 StdDev: 0.211 Bins: 256 Min: -0.046 Max: 1.055 Mode: 0.197 (5332) Bin Width: 0.004
0.5		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.216 Bins: 256 Min: -0.308 Max: 1.031 Mode: 0.196 (9360) Bin Width: 0.005		 Count: 51468 Mean: 0.274 StdDev: 0.209 Bins: 256 Min: 0.055 Max: 1.187 Mode: 0.287 (2229) Bin Width: 0.004

Annexe


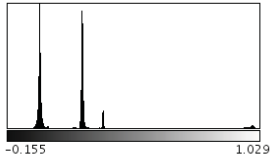

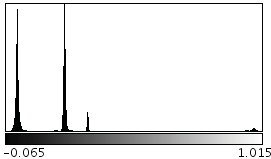

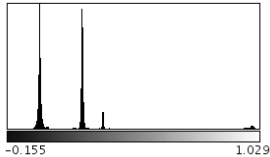

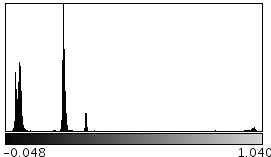

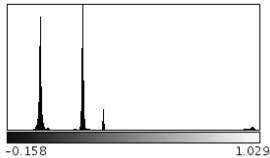

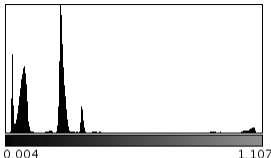

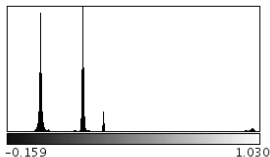

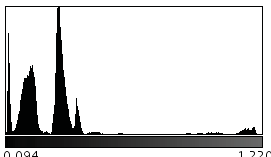

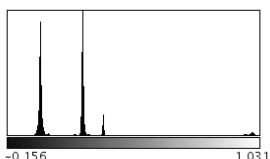
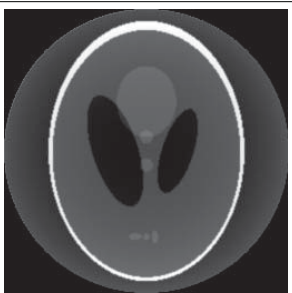
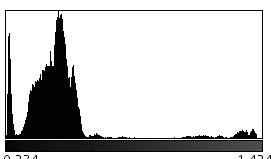
0.6		 <p>Count: 51468 Mean: 0.153 StdDev: 0.215 Bins: 256</p> <p>Min: -0.310 Max: 1.032 Mode: 0.196 (8599) Bin Width: 0.005</p>		 <p>Count: 51468 Mean: 0.470 StdDev: 0.212 Bins: 256</p> <p>Min: 0.197 Max: 1.418 Mode: 0.447 (1702) Bin Width: 0.005</p>
0.7		 <p>Count: 51468 Mean: 0.156 StdDev: 0.215 Bins: 256</p> <p>Min: -0.307 Max: 1.035 Mode: 0.199 (9308) Bin Width: 0.005</p>		 <p>Count: 51468 Mean: 0.827 StdDev: 0.227 Bins: 256</p> <p>Min: 0.477 Max: 1.831 Mode: 0.803 (1326) Bin Width: 0.005</p>
0.8		 <p>Count: 51468 Mean: 0.161 StdDev: 0.215 Bins: 256</p> <p>Min: -0.307 Max: 1.040 Mode: 0.206 (8248) Bin Width: 0.005</p>		 <p>Count: 51468 Mean: 1.576 StdDev: 0.278 Bins: 256</p> <p>Min: 1.088 Max: 2.678 Mode: 1.495 (834) Bin Width: 0.006</p>
0.9		 <p>Count: 51468 Mean: 0.176 StdDev: 0.215 Bins: 256</p> <p>Min: -0.291 Max: 1.057 Mode: 0.217 (8655) Bin Width: 0.005</p>		 <p>Count: 51468 Mean: 3.887 StdDev: 0.489 Bins: 256</p> <p>Min: 3.019 Max: 5.279 Mode: 3.721 (450) Bin Width: 0.009</p>

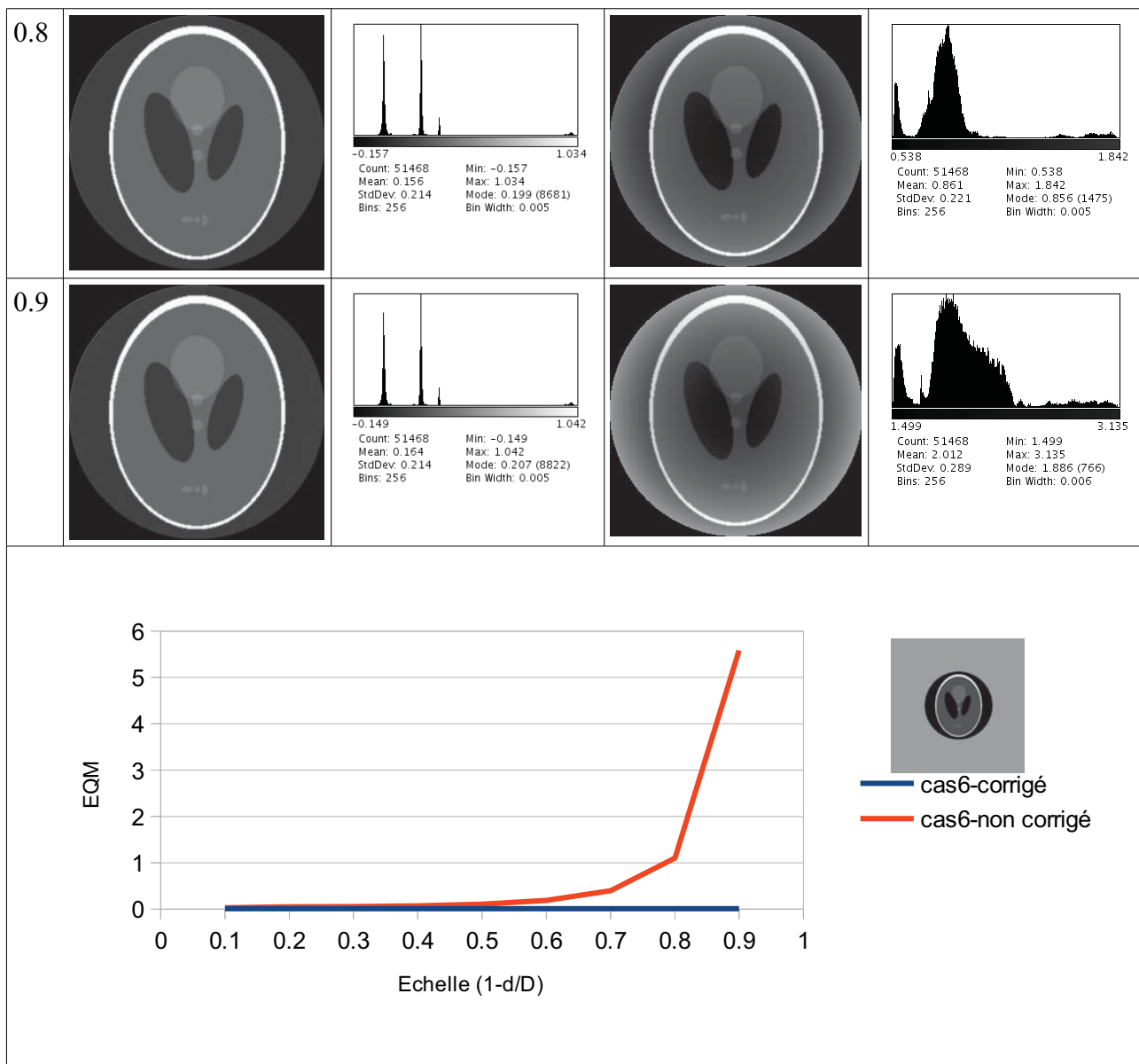


A5 : Les reconstruction avec la correction et sans la correction et ses histogrammes avec le paramètre localité 1-d/D : 0,1-0,9 sur le cas 6

	corrige	histogramme	Non corrige	histogramme
0.1		<p>Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.215 Bins: 256</p> <p>Min: -0.159 Max: 1.029 Mode: 0.196 (8929) Bin Width: 0.005</p>		<p>Count: 51468 Mean: 0.150 StdDev: 0.214 Bins: 256</p> <p>Min: -0.054 Max: 1.026 Mode: 0.193 (8156) Bin Width: 0.004</p>
0.2		<p>Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.215 Bins: 256</p> <p>Min: -0.157 Max: 1.029 Mode: 0.197 (8102) Bin Width: 0.005</p>		<p>Count: 51468 Mean: 0.146 StdDev: 0.214 Bins: 256</p> <p>Min: -0.059 Max: 1.022 Mode: -0.011 (8081) Bin Width: 0.004</p>


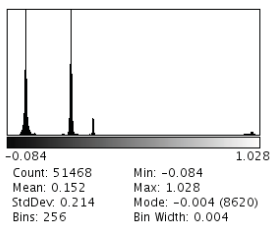

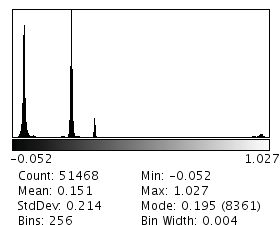

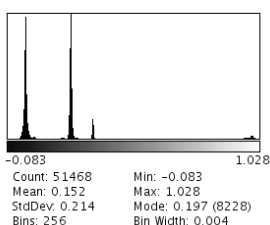

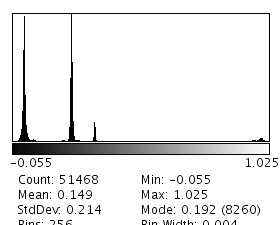

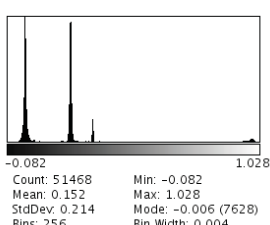

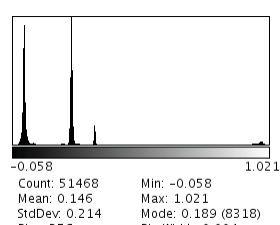

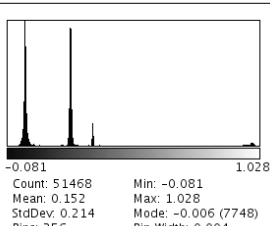

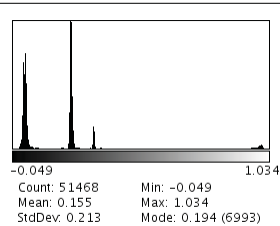

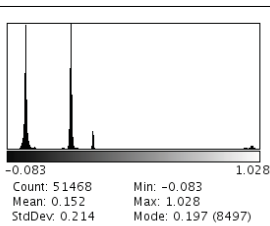

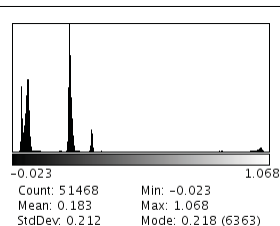
Annexe

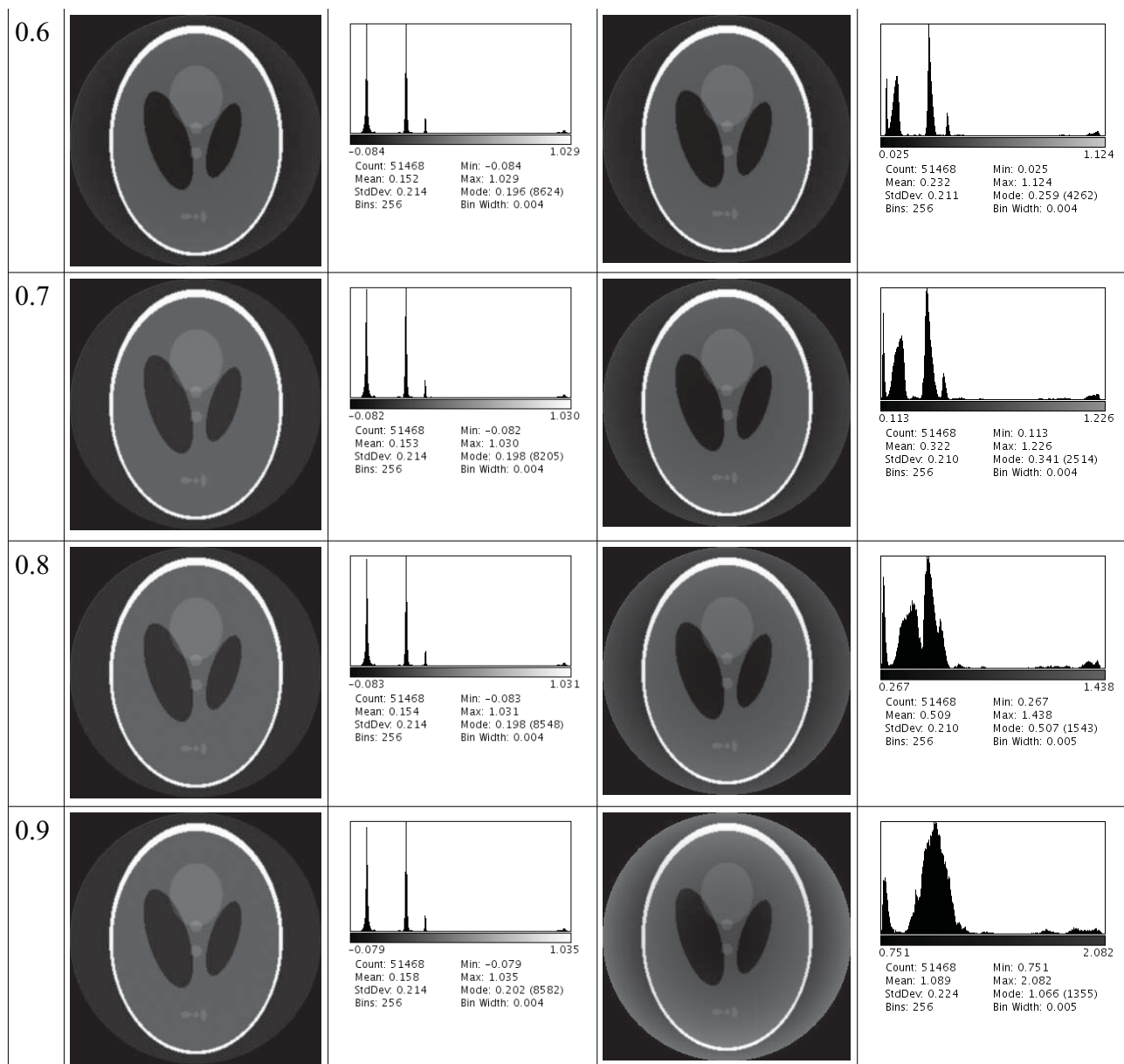
0.3		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.215 Bins: 256 Min: -0.155 Max: 1.029 Mode: -0.005 (8340) Bin Width: 0.005		 Count: 51468 Mean: 0.139 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.065 Max: 1.015 Mode: 0.182 (8059) Bin Width: 0.004
0.4		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.155 Max: 1.029 Mode: -0.005 (8406) Bin Width: 0.005		 Count: 51468 Mean: 0.159 StdDev: 0.212 Bins: 256 Min: -0.048 Max: 1.040 Mode: 0.196 (7238) Bin Width: 0.004
0.5		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.158 Max: 1.029 Mode: 0.197 (8724) Bin Width: 0.005		 Count: 51468 Mean: 0.213 StdDev: 0.211 Bins: 256 Min: 0.004 Max: 1.107 Mode: 0.239 (4189) Bin Width: 0.004
0.6		 Count: 51468 Mean: 0.153 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.159 Max: 1.030 Mode: 0.197 (8944) Bin Width: 0.005		 Count: 51468 Mean: 0.310 StdDev: 0.209 Bins: 256 Min: 0.094 Max: 1.220 Mode: 0.329 (2253) Bin Width: 0.004
0.7		 Count: 51468 Mean: 0.154 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.156 Max: 1.031 Mode: 0.199 (8673) Bin Width: 0.005		 Count: 51468 Mean: 0.488 StdDev: 0.211 Bins: 256 Min: 0.234 Max: 1.424 Mode: 0.478 (1386) Bin Width: 0.005

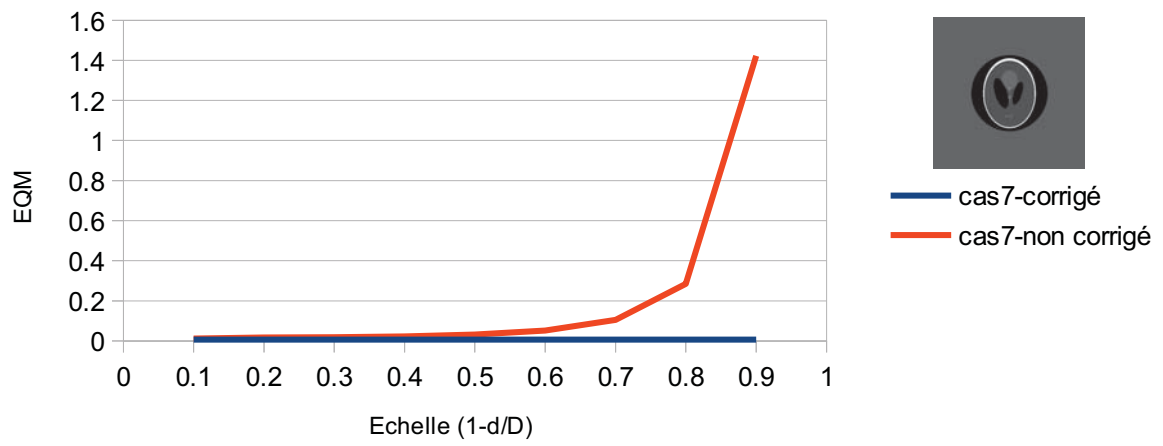


Annexe

A6 : Les reconstruction avec la correction et sans la correction et ses histogrammes avec le paramètre localité 1-d/D : 0,1-0,9 sur le cas 7

	corrigé	histogramme	Non corrigé	histogramme
0.1		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.084 Max: 1.028 Mode: -0.004 (8620) Bin Width: 0.004		 Count: 51468 Mean: 0.151 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.052 Max: 1.027 Mode: 0.195 (8361) Bin Width: 0.004
0.2		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.083 Max: 1.028 Mode: 0.197 (8228) Bin Width: 0.004		 Count: 51468 Mean: 0.149 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.055 Max: 1.025 Mode: 0.192 (8260) Bin Width: 0.004
0.3		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.082 Max: 1.028 Mode: -0.006 (7628) Bin Width: 0.004		 Count: 51468 Mean: 0.146 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.058 Max: 1.021 Mode: 0.189 (8318) Bin Width: 0.004
0.4		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.081 Max: 1.028 Mode: -0.006 (7748) Bin Width: 0.004		 Count: 51468 Mean: 0.155 StdDev: 0.213 Bins: 256 Min: -0.049 Max: 1.034 Mode: 0.194 (6993) Bin Width: 0.004
0.5		 Count: 51468 Mean: 0.152 StdDev: 0.214 Bins: 256 Min: -0.083 Max: 1.028 Mode: 0.197 (8497) Bin Width: 0.004		 Count: 51468 Mean: 0.183 StdDev: 0.212 Bins: 256 Min: -0.023 Max: 1.068 Mode: 0.218 (6363) Bin Width: 0.004





A7 : le principe des marcos sur matlab

```

function [ output_args ] = corrBRHR(nom)
tic
%créer sinoHR corrigé du flat/dark/centre rotation:lecture des
% projections + translation

newprojHR(nom);
sinoHR(nom);

toc
end

function newprojHR(nom)
    % projections "Flat Field": (IMpro-dark)./(ref-dark)
    % axe rotation change dans l'étape de fabrication sino
    % préparer les paramètres:
    nomHR=sprintf('%s%s',nom,'_new');
    mkdir(nomHR)

    cd(nom)
    nompar=sprintf('%s%s',nom,'.par'); % le nom de paramètre
    par=textread(nompar,'%s');      % lire le fichier .par

    parPROlast=cell2mat(par(26)); % le nombre des projections dans .par
    parPROlast1=str2num(parPROlast)

    parFFlast=cell2mat(par(146));
    parFFlast1=str2num(parFFlast)

    parFFinterval=cell2mat(par(168));
    parFFinterval1=str2num(parFFinterval)

    % lire dark.edf

    imdark=edfread('dark.edf');
    cd ..
    %lire refHST

    % lire les projections et les REF
    for i=0:parPROlast1+1;

        cd(nom)
        chain1=int2str(i);
        chaine=sprintf('%s%04s',nom,chain1,'.edf');
        chaine;
    end
end

```


Annexe

```
impro=edfread(chaine);

% lire redHST
nomref1=int2str(parFFinterval1*floor((i+parFFinterval1/2)/parFFinterval1));
nomref=sprintf('%s%04s','refHST',nomref1,'.edf');

imref=edfread(nomref);

%"Flat Field": (IMpro-dark)./(ref-dark)

im=(impro-imdark)./(imref-imdark);

%write the new projection
cd ..
cd(nomHR)
newnom=sprintf('%s%04s',nom,chain1,'_new.edf');
edfwrite(newnom,im,'float32');

cd ..
end

end

function sinoHR(nom)

nomHR=sprintf('%s%s',nom,'_new');

cd(nom)
nompar=sprintf('%s%s',nom,'.par'); % le nom de paramètre
par=textread(nompar,'%s'); % lire le fichier .par

parPROlast=cell2mat(par(26)); % le nombre des projections dans .par
parPROlast1=str2num(parPROlast) % 899

parPROrow=cell2mat(par(63)); % 1024
parPROrowx=str2num(parPROrow)

parPROcol=cell2mat(par(71)); % 1500
parPROcoly=str2num(parPROcol);

cd ..

% séparer le volume chaque 800 pixele hauteur( fopen , limite 800)
nbstack=floor(parPROcoly/800);
```

```

nbstackreste=rem(parPROcoly,800);
for i=0:nbstack-1
    nbstart=i*800+1;
    nbblast=i*800+800;
    writePROedf(nbstart,nblast,nomHR,parPROrowx,parPROlast1,nom)
end
% les resres
if nbstackreste>0
    nbstart=nbstack*800+1;
    nbblast=nbstack*800+nbstackreste;
    writePROedf(nbstart,nblast,nomHR,parPROrowx,parPROlast1,nom)
end
end

function writePROedf(nbstart,nblast,nomHR,parPROrowx,parPROlast1,nom)
%fopen can't open allthe files : limite 800;
% write the header

esrfdatatype='Float';
nbytes=4;
nimage=1;
head=writeheader([parPROrowx parPROlast1+1],esrfdatatype,nbytes,nimage);

    mkdir('sinoHR')
    cd(nomHR)

    for i=nbstart:nblast;
        chain1=int2str(i-1);
        nomedf=sprintf('%s%04s','sinoHR_',chain1,'.edf');
        fid(i)=fopen(nomedf, 'w','b');
        fwrite(fid(i),head);
    end

    for i=0:parPROlast1;
        chain1=int2str(i);
        chaine=sprintf('%s%04s',nom,chain1,'_new.edf');
        chaine;
        im=edfread(chaine);
        for j=nbstart:nblast
            fwrite(fid(j),im(:,j), 'float32');
        end
    end
end
3
for i=nbstart:nblast
    fclose(fid(i));
end

```

Annexe

```
movefile('sinoHR*','../sinoHR');  
cd ..  
end
```